



## **TESIS DOCTORAL**

# **Caracterización termomecánica de dos aceros de construcción. Influencia de la microaleación conjunta de Nb y V**

**Elio Armando Cartaya Ruesga**

Memoria presentada para optar al título de Doctor por la  
Universitat Politècnica de Catalunya

Director de tesis:

Dr. José María Cabrera Marrero

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica  
Escola Tècnica Superior d' Enginyeria Industrial de Barcelona  
Universitat Politècnica de Catalunya

Julio, 2013





## Acta de calificación de tesis doctoral

Curso académico:

Nombre y apellidos

DNI / NIE / Pasaporte

Programa de doctorado

Unidad estructural responsable del programa

## Resolución del Tribunal

Reunido el Tribunal designado a tal efecto, el doctorando / la doctoranda expone el tema de la su tesis doctoral titulada \_\_\_\_\_.

Acabada la lectura y después de dar respuesta a las cuestiones formuladas por los miembros titulares del tribunal, éste otorga la calificación:

☐ APTA/O    ☐ NO APTA/O

(Nombre, apellidos y firma)		(Nombre, apellidos y firma)	
Presidente/a		Secretario/a	
(Nombre, apellidos y firma)	(Nombre, apellidos y firma)	(Nombre, apellidos y firma)	(Nombre, apellidos y firma)
Vocal	Vocal	Vocal	Vocal

\_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_

El resultado del escrutinio de los votos emitidos por los miembros titulares del tribunal, efectuado por la Escuela de Doctorado, a instancia de la Comisión de Doctorado de la UPC, otorga la MENCIÓN CUM LAUDE:

☐ SÍ    ☐ NO

(Nombre, apellidos y firma)	(Nombre, apellidos y firma)
Presidenta de la Comisión de Doctorado	Secretaria de la Comisión de Doctorado

Barcelona a \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_





## AGRADECIMIENTOS

Después de algunos años de arduo trabajo y esfuerzo, llegar a presentar esta tesis es un gran estímulo para mí. Aprovecho este momento para expresar mi más sincera gratitud a todas las personas que han colaborado de una forma u otra en el buen desarrollo de la presente investigación.

En primer lugar, quisiera destacar la ayuda extraordinaria del Dr. José María Cabrera Marrero, quien ha sido tutor de esta tesis y al que estaré eternamente agradecido por su apoyo incondicional, dedicación y arrojo para llevar hasta el final la tesis doctoral. Gracias a su ayuda en los momentos difíciles, su paciencia, dirección y orientación se han podido solventar los problemas surgidos a lo largo del camino.

Muchas gracias a todos los profesores que han contribuido en mi formación como investigador, destacando entre ellos a la Dra. Maria Dolores Riera, Dr. José Manuel Prado Pozuelo, Dr. José María Cabrera Marrero, Dr. Antonio Herrero Palomo, Dr. José M. Manero Planella y Dra. Jessica Calvo, magníficos ejemplos como docentes e investigadores, quienes con su conocimiento me han adentrado en el mundo de los materiales y brindaron la oportunidad de crecer profesionalmente.

Gracias a todo el personal del Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica y del Centro Tecnológico de Manresa (CTM) por la ayuda prestada durante el desarrollo experimental de este trabajo. Significando la especial colaboración de Ana Hernández Expósito, quien ha brindado en estos años un constante apoyo con las experimentales efectuadas en el dilatómetro, a la Dra. Jessica Calvo quien me explicó y ayudó a trabajar en el programa FactSage, a Gonzalo Varela Castro por su explicación y apoyo sobre todo en los momentos iniciales de esta investigación, a Isaac López Insa quién contribuyó en los trabajos de microscopía óptica, a Carles Abad por su servicio e interés en los momentos que se trabajó en el CTM.

Agradezco a Oscar Higuera por sus importantes consejos, constante ayuda y amistad que han contribuido de forma circunstancial a finalizar la tesis, a Pedro Rodríguez por sus enseñanzas y apoyo en los sistemas informáticos.

También quiero dar gracias a la colaboración del Dr Sebastián Medina por facilitar la fusión de los dos aceros en las instalaciones del Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Madrid. Agradezco asimismo la concesión de la beca de investigación doctoral a la Universidad Politécnica de Catalunya que sin ella no hubiese podido desarrollar esta investigación, así como el apoyo del Ministerio de Fomento a través del proyecto Ref 80032/A04 y al Ministerio de Ciencia e Innovación Tecnológica MAT2008-06793-C02-01.



## DEDICATORIA

Esta tesis la dedico a la memoria de mi padre Armando Cartaya, que si estuviera entre nosotros seguramente se sentiría orgulloso de este paso que estoy dando, de superarme a pesar de los impensables obstáculos que han surgido durante estos años.

También quiero dedicar este trabajo a mi madre María Teresa Ruesga y a mis dos hermanas, Odalys Cartaya y María Teresa Cartaya, que aunque a lo largo de mi pasantía y en estos momentos estén distantes de Barcelona, su aliento, dedicación, ayuda y amor han contribuido a que yo logre este sueño dorado.

A mi novia Gretel María Cobas por su amor, confianza y apoyo en los momentos más difíciles que he transitado. Gran parte de la energía para continuar esforzándome y de seguir luchando por ser un mejor profesional se lo debo a tan especial persona.

A Ernesto y Carmen por su gran ayuda, amistad y apoyo, sobre todo en esta etapa final.

Al resto de mis familiares y amigos .....



## RESUMEN

En este trabajo se estudia la influencia de la microadición conjunta de Nb y V sobre los fenómenos de ablandamiento dinámico y estático durante y tras la deformación en caliente. En la primera etapa del estudio se realizaron ensayos de compresión simple para evaluar el proceso de recrystalización dinámica en dos aceros de construcción. Las pruebas fueron efectuadas a temperaturas comprendidas entre 900 y 1100 °C, a velocidades de deformación de 0.001, 0.01, 0.1, 1 y 10 s<sup>-1</sup>, y hasta una deformación de 0.8, con el fin de analizar los granos recrystalizados dinámicamente. Por otra parte mediante ensayos de relajación de tensiones se determinó la cinética de recrystalización estática y/o metadinámica en ambos aceros, aplicando deformaciones previas a la relajación iguales a 0.05, 0.15 y 0.25, a temperaturas desde 850 a 1050 °C y velocidades de deformación de 0.1, 1 y 10 s<sup>-1</sup>. Empleando estos ensayos de relajación se construyeron los diagramas PTT para el acero microaleado, verificando mediante FESEM los tiempos de precipitación. Con la cinética de precipitación y con los tiempos de recrystalización se elaboraron los respectivos diagramas RPTT.

Partiendo de los resultados experimentales se plantearon las ecuaciones constitutivas que predicen el comportamiento de los fenómenos evaluados, teniendo en cuenta tanto los parámetros tecnológicos como la influencia de la microaleación. Vale la pena resaltar que el modelo de la cinética de precipitación tiene en cuenta la formación de carbonitruros complejos del tipo (Nb<sub>x</sub>V<sub>1-x</sub>)(C<sub>y</sub>N<sub>1-y</sub>), lo cual a la fecha no se ha desarrollado. Con estos modelos será más fácil analizar un proceso termomecánico adecuado para su posible aplicación a escala industrial.



## ABSTRACT

In this thesis the influence of joint microaddition of Nb and V on the dynamic and static softening phenomena during and after the hot deformation was investigated. In the first part of the study, the dynamic recrystallization process of two construction steels were evaluated by simple compression tests, which were conducted at temperatures between 900 and 1100 °C, with various strain rates of 0.001, 0.01, 0.1, 1 and 10 s<sup>-1</sup>, and up to a strain of 0.8, in order to analyze the dynamically recrystallized grains. Furthermore, through stress relaxation testing, the static and / or metadynamic recrystallization kinetic was determined in both steels, by applying deformations prior to relaxation equal to 0.05, 0.15 and 0.25, at temperatures from 850 to 1050 °C and strain rates of 0.1, 1 and 10 s<sup>-1</sup>. Using these relaxation tests, the PTT diagrams were constructed for the microalloyed steel, verifying the precipitation times through FESEM. With the precipitation kinetics and recrystallization times the respective RPTT diagrams were developed.

Based on the experimental results, constitutive equations were proposed to predict the behavior of the evaluated phenomena, taking into account both the technological parameters and the influence of microalloying. It is worth emphasizing that the model of the precipitation kinetics takes into account the formation of complexes carbonitrides type (Nb<sub>x</sub>V<sub>1-x</sub>)(C<sub>y</sub>N<sub>1-y</sub>), which has not been developed neither reported in literature up to date. With the help of these models it will be easier to analyze a suitable thermomechanical process in possible industrial applications.





ÍNDICE	Pág.
ÍNDICE DE FIGURAS .....	i
ÍNDICE DE TABLAS .....	xi
INTRODUCCIÓN .....	1
CAPÍTULO 1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA .....	7
1.1 Ultra-refinamiento de grano en aceros .....	7
1.2 Fenómenos que intervienen durante el procesamiento en caliente .....	9
1.2.1 Restauración estática (SRV) .....	11
1.2.2 Recristalización estática (SRX) .....	12
1.2.3 Recristalización metadinámica (MDRX) .....	16
1.2.4 Restauración dinámica (DRV) .....	18
1.2.5 Recristalización dinámica (DRX) .....	19
1.2.6 Precipitación y su interacción con DRX, SRX y MDRX .....	21
1.2.7 Transformación de fase. Factores que influyen sobre el proceso de transformación .....	26
1.2.7.1 Velocidad de enfriamiento .....	26
1.2.7.2 Microestructura austenítica de partida .....	27
1.3 Procesos termomecánicos avanzados .....	31
1.3.1 Recristalización de la austenita durante la deformación en caliente .....	32
1.3.2 Transformación de la ferrita inducida por la deformación .....	36
1.3.3 Laminado en caliente intercrítico .....	39
1.3.4 Recristalización dinámica de la ferrita durante la deformación en caliente .....	40
1.3.5 Restauración de la ferrita durante la deformación en caliente y posterior recocido .....	41
1.3.6 Laminado en frío y recocido de acero martensítico .....	42

1.4 Propiedades alcanzadas en los aceros con grano ultrafino .....	44
1.4.1 Efecto en la tensión de fluencia .....	44
1.4.2 Efecto en la ductilidad .....	45
1.4.3 Efecto en la tenacidad .....	46
1.5 Resumen .....	48
CAPITULO 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL .....	49
2.1 Materiales .....	49
2.1.1 Preparación de las muestras .....	50
2.2 Equipamiento experimental .....	51
2.2.1 Equipo de ensayos térmicos .....	51
2.2.2 Equipo de ensayo termomecánico .....	52
2.2.3 Microscopía óptica .....	54
2.2.4 Microscopía electrónica de barrido (FESEM) .....	55
2.3 Análisis termodinámico mediante FactSage .....	57
2.4 Procedimiento experimental .....	58
2.4.1 Tratamientos de austenización .....	58
2.4.2 Ensayos de compresión simple .....	59
2.4.2.1 Determinación de las condiciones críticas para el inicio de la recristalización dinámica .....	61
2.4.3 Ensayos de relajación de tensiones para determinar la cinética de recristalización estática y/o metadinámica .....	62
2.4.4 Ensayos de relajación de tensiones para determinar la cinética de precipitación.....	64
2.4.4.1 Ensayos de relajación continuos .....	64
2.4.4.2 Ensayos de relajación interrumpidos .....	66

CAPITULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN .....	67
3.1 Análisis termodinámico mediante FactSage .....	67
3.2 Tamaño de grano austenítico de partida .....	71
3.3 Ablandamientos dinámicos .....	74
3.3.1 Resultados de las curvas de fluencia. Evaluando el efecto de la microaleación con Nb–V .....	74
3.3.1.1 Efecto de la velocidad de deformación sobre el comienzo de la DRX .....	79
3.3.1.2 Efecto de la temperatura sobre el comienzo de la DRX .....	81
3.3.1.3 Tamaño de grano recristalizado dinámicamente .....	84
3.4 Ablandamientos estáticos y/o metadinámicos .....	87
3.4.1 Cinética de recristalización estática (SRX) .....	93
3.4.1.1 Influencia de la composición química sobre la cinética de recristalización estática .....	97
3.4.1.2 Efecto de la temperatura de deformación sobre la cinética de recristalización estática .....	100
3.4.1.3 Efecto de la deformación sobre la cinética de recristalización estática .....	102
3.4.1.4 Efecto de la velocidad de deformación sobre la cinética de recristalización estática .....	104
3.4.2 Cinética de recristalización estática – metadinámica (SRX + MDRX) .....	105
3.4.2.1 Efecto de la temperatura de deformación sobre la cinética de recristalización estática – metadinámica .....	108
3.4.2.2 Efecto de la velocidad de deformación sobre la cinética de recristalización estática – metadinámica .....	109
3.5 Precipitación inducida por la deformación .....	111
3.5.1 Resultados de los ensayos de relajación de tensiones continuos .....	111
3.5.1.1 Efecto de la temperatura en la cinética de precipitación .....	114
3.5.1.2 Efecto de la deformación en la cinética de precipitación .....	116

3.5.1.3 Efecto de la velocidad de deformación en la cinética de precipitación .....	117
3.5.1.4 Efecto de la composición química en la cinética de precipitación .....	118
3.5.2 Resultados de las pruebas de relajación de tensiones interrumpidas .....	121
3.6 Comparación entre la precipitación dinámica con la estática .....	129
3.7 Diagramas Recristalización – Precipitación – Tiempo – Temperatura .....	131
CAPÍTULO 4. ECUACIONES CONSTITUTIVAS QUE DESCRIBEN LOS FENÓMENOS EXISTENTES.....	137
4.1 Modelación de las curvas de fluencia. Ecuaciones constitutivas en la recristalización dinámica .....	137
4.1.1 Ecuaciones para el comienzo y final de la recristalización dinámica .....	138
4.1.2 Ecuaciones para los términos restauración dinámica y endurecimiento por deformación .....	147
4.1.3 Ecuaciones cinéticas para la recristalización dinámica .....	150
4.1.4 Ecuaciones cinéticas para las tensiones de pico y estado estable .....	154
4.1.5 Modelación de las curvas de fluencia y validación .....	159
4.1.6 Ecuaciones para determinar el tamaño recristalizado dinámicamente .....	161
4.2 Ecuaciones que describe la cinética de recristalización estática y/o metadinámica..	163
4.2.1 Ecuaciones para la cinética de recristalización estática (SRX) .....	164
4.2.1.1 Validación del modelo desarrollado .....	175
4.2.2 Ecuaciones para la cinética de recristalización estática–metadinámica .....	176
4.2.2.1 Validación del modelo desarrollado .....	181
4.3 Ecuaciones constitutivas que describe la cinética de precipitación en el acero microaleado al Nb–V .....	183
4.3.1 Ecuaciones termodinámicas para el modelo propuesto .....	186
4.3.2 Comienzo de la precipitación inducida por la deformación .....	190
4.3.3 Cinética y final de la precipitación inducida por la deformación .....	194

4.3.4 Validación del modelo desarrollado para la cinética de precipitación .....	196
4.4 Diagramas Recristalización–Precipitación–Temperatura–Tiempo teóricos .....	198
CONCLUSIONES .....	201
RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS .....	205
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	207
ANEXOS .....	223



	ÍNDICE DE FIGURAS	Pág.
Figura1:	Clasificación de algunos aceros en función de su conformabilidad en términos de alargamiento y de resistencia mecánica <sup>[47]</sup> .....	4
Figura 1.1:	Incremento de la tensión de fluencia del material con la disminución del tamaño de grano, <i>Nagai</i> <sup>[12]</sup> .....	8
Figura 1.2:	Efecto del trabajo en caliente sobre la microestructura final <sup>[48]</sup> .....	10
Figura 1.3:	Etapas de la restauración estática para un material deformado <sup>[50]</sup> .....	11
Figura 1.4:	Representación de nucleación por el mecanismo de coalescencia de subgranos por rotación <sup>[55]</sup> .....	13
Figura 1.5:	Representación de la nucleación por el mecanismo de migración de contornos de grano inducido por la deformación <sup>[54]</sup> .....	13
Figura 1.6:	Partículas dispersas que hacen retardar la migración de borde de grano por la fuerza de anclaje <sup>[54]</sup> .....	14
Figura 1.7:	Fenómenos que actúan en un material después de la deformación <sup>[47]</sup> .....	17
Figura 1.8:	Etapas de la recuperación dinámica para un material deformado <sup>[65]</sup> .....	18
Figura 1.9:	Evolución microestructural por formación de necklace consecutivo <sup>[68]</sup> .....	20
Figura 1.10:	Ensayo de relajación de tensiones efectuado por <i>Djahazi y col.</i> <sup>[83]</sup> .....	22
Figura 1.11:	Diagrama recristalización – precipitación – tiempo – temperatura (RPTT) <sup>[90]</sup> .....	24
Figura 1.12:	Efecto del soluto y los precipitados sobre la deformación necesaria para recristalización dinámica <sup>[93]</sup> .....	25
Figura 1.13:	Efecto del procesamiento de la austenita y de la velocidad de enfriamiento en el tamaño de ferrita final <sup>[98]</sup> .....	27
Figura 1.14:	Variación del área interfacial efectiva con el porcentaje de laminación, a una temperatura inferior de la de recristalización, para un acero con 0.03 % en peso de Nb <sup>[48]</sup> .....	29
Figura 1.15:	Tamaño de grano ferrítico producido a partir de austenita recristalizada y sin recristalizar a varios valores de $S_v$ <sup>[48]</sup> .....	30

Figura 1.16:	Laminado controlado por la recrystalización, <i>Siciliano y Jonas</i> <sup>[15]</sup> .....	33
Figura 1.17:	Laminado controlado convencional, <i>Siciliano y Jonas</i> <sup>[15]</sup> .....	33
Figura 1.18:	Laminado controlado por la recrystalización dinámica, <i>Siciliano y Jonas</i> <sup>[15]</sup> .....	35
Figura 1.19:	Esquema simplificado del fenómeno de transformación de la ferrita inducida por la deformación, según <i>Dong y Sun</i> <sup>[31]</sup> .....	38
Figura 1.20:	Esquema simplificado de un laminado intercrítico <sup>[32]</sup> .....	39
Figura 1.21:	Ciclo de procesamiento empleado para obtener estructura ultrafina, según <i>Song</i> <sup>[37]</sup> .....	42
Figura 1.22:	Relación de Hall – Petch en los aceros con grano ultrafino, según <sup>[39,108,109]</sup> .....	44
Figura 1.23:	Dependencia de la ductilidad con el tamaño de grano en aceros <sup>[39,40,42]</sup> .....	45
Figura 1.24:	Dependencia de la resiliencia con la temperatura a diferentes tamaños de grano de ferrita <sup>[39]</sup> .....	46
Figura 1.25:	Resistencia al impacto a baja temperatura para diferentes tamaños de grano de ferrita <sup>[47]</sup> .....	47
Figura 2.1:	Procedimiento experimental .....	49
Figura 2.2:	Lingotes forjados a partir del obtenido por ESR .....	51
Figura 2.3:	Horno tubular empleado en los tratamientos térmicos .....	52
Figura 2.4:	Dilatómetro de temple y deformación modelo DIL805A/D .....	53
Figura 2.5:	Disposición de la muestra en el interior de la cámara de vacío .....	54
Figura 2.6:	Microscopio óptico Olympus Modelo GX51.....	55
Figura 2.7:	Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM – 7001F.....	56
Figura 2.8:	Programa FactSage 6.1 empleado en el cálculo termodinámico .....	57
Figura 2.9:	Ciclo térmico del tratamiento de homogeneización .....	59
Figura 2.10:	Esquema general del ciclo termomecánico para el ensayo de compresión simple .....	60
Figura 2.11:	Ciclo termomecánico de los aceros estudiados: a) acero A-4, b) acero M-4 .....	60



Figura 2.12:	Determinación de la deformación crítica para el comienzo de la recrystalización dinámica .....	61
Figura 2.13:	Ciclo termomecánico para determinar la cinética de SRX y/o MDRX .....	63
Figura 2.14:	Forma de determinar la fracción recrystalizada: a) acero A-4, b) acero M-4 .....	63
Figura 2.15:	Forma de comprobar los comienzos y finales de precipitación .....	65
Figura 2.16:	Relajación de tensiones con temple intermedios .....	66
Figura 3.1:	Cálculo mediante FactSage de la temperaturas de transformación para el acero A-4 .....	69
Figura 3.2:	Cálculo mediante FactSage de la temperaturas de transformación para el acero M-4 .....	69
Figura 3.3:	Fracción de volumen de precipitados vs. temperatura: a) acero A-4, b) acero M-4 .....	70
Figura 3.4:	Microestructura de los tratamientos efectuados a los aceros A-4 y M-4 .....	72
Figura 3.5:	Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura para los dos aceros .	73
Figura 3.6:	Curvas comparativas del comportamiento de fluencia: a) variando la velocidad de deformación, b) variando la temperatura de deformación .....	75
Figura 3.7:	Efecto de los precipitados y soluto en la deformación de pico: a) $T_D = 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , b) $T_D = 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ , c) $T_D = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , d) $T_D = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , e) $T_D = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ .....	80
Figura 3.8:	Deformación de pico en función del inverso de la temperatura absoluta: a) $\dot{\epsilon} = 0.001\text{ s}^{-1}$ , b) $\dot{\epsilon} = 0.01\text{ s}^{-1}$ , c) $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$ , d) $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$ .....	82
Figura 3.9:	Micrografías del grano austenítico total o parcialmente recrystalizado dinámicamente: a) acero A-4, b) acero M-4 .....	84
Figura 3.10:	Evolución del tamaño de grano dinámicamente recrystalizado: a) acero A-4, b) acero M-4 .....	86
Figura 3.11:	Curvas de relajación de los aceros en estudio: a) acero A-4, b) acero M-4 .....	87
Figura 3.12:	Ejemplos de fracción ablandada en función del tiempo para los aceros en estudio .....	88
Figura 3.13:	Efecto del tiempo $t_{0.5}$ con la deformación aplicada para los aceros en estudio ...	90

Figura 3.14: Efecto de $t_{0.5}$ con la deformación, temperatura y velocidad de deformación en los dos aceros .....	92
Figura 3.15: Exponente de Avrami para los dos aceros estudiados .....	94
Figura 3.16: Comportamiento de la fracción ablandada con la variación de la temperatura, deformación y velocidad de deformación en ambos aceros .....	98
Figura 3.17: Ejemplo del efecto de la temperatura de deformación sobre la SRX .....	100
Figura 3.18: Ejemplo del efecto de la deformación sobre la SRX .....	102
Figura 3.19: Ejemplo del efecto de la velocidad de deformación sobre la SRX .....	104
Figura 3.20: Comportamiento de la fracción ablandada con la variación de la temperatura, deformación y velocidad de deformación en ambos aceros para la SRX + MDRX .....	106
Figura 3.21: Ejemplo del efecto de la temperatura de deformación sobre la SRX + MDRX .....	108
Figura 3.22: Ejemplo del efecto de la velocidad de deformación sobre la SRX + MDRX .....	109
Figura 3.23: Curvas de relajación de los aceros en estudio .....	112
Figura 3.24: Curva PTT para una deformación de 0.05 .....	115
Figura 3.25: Curvas PTT a varias deformaciones .....	116
Figura 3.26: Curvas PTT a varias velocidades de deformación .....	117
Figura 3.27: Comparación entre los resultados de este trabajo y otras investigaciones .....	118
Figura 3.28: Curva PTT para una deformación de 0.05 con temple intermedios .....	122
Figura 3.29: Evolución de los precipitados a diferentes tiempos y temperaturas con una deformación de 0.05 .....	123
Figura 3.30: Curva PTT para deformaciones de 0.05 y 0.25 con temple intermedios .....	124
Figura 3.31: Evolución de los precipitados a diferentes tiempos y deformaciones a 950 °C ....	125
Figura 3.32: Espectro realizado para determinar el tipo de precipitado .....	128
Figura 3.33: Comparación entre la precipitación dinámica y estática .....	130
Figura 3.34: Cálculo de las temperaturas críticas SRCT.....	132

Figura 3.35:	Diagramas RPTT variando la velocidad de deformación y las deformaciones .....	133
Figura 4.1:	Tensión de pico en función de la velocidad de deformación a diferentes temperaturas .....	139
Figura 4.2:	Dependencia de la deformación crítica y de pico con el parámetro de Zener – Hollomon .....	140
Figura 4.3:	Dependencia de la deformación crítica y de pico vs. $Z$ teniendo en cuenta la precipitación .....	142
Figura 4.4:	Influencia de soluto y precipitado en la deformación de pico vs. $Z$ .....	142
Figura 4.5:	Dependencia del ablandamiento en función del parámetro de Zener–Hollomon: a) cuando sólo existe el efecto soluto, b) en presencia de precipitados en el acero microaleado .....	147
Figura 4.6:	Dependencia del endurecimiento en función de $Z$ para ambos aceros: a) en usencia de precipitación, b) cuando actúa la precipitación .....	148
Figura 4.7:	Ejemplos del comportamiento del exponente de Avrami para los aceros en ausencia de precipitación en el acero microaleado .....	151
Figura 4.8:	Dependencia del exponente $k$ vs. $Z$ : a) para los dos aceros en ausencia de precipitación en el acero microaleado, b) en presencia de precipitación en el acero microaleado .....	151
Figura 4.9:	Comprobación de la ecuación propuesta para determinar el tiempo $t_{0.5}$ .....	154
Figura 4.10:	Comparación entre las tensiones de pico y estado estable a la ecuación del $\sinh$ evaluando precipitados .....	156
Figura 4.11:	Ajuste de las tensiones de pico en la ecuación del $\sinh$ , para los dos aceros .....	157
Figura 4.12:	Comparación entre las curvas experimentales con las teóricas .....	160
Figura 4.13:	Dependencia del tamaño de grano vs. $Z$ : a) en ambos aceros, b) acero microaleado bajo efecto soluto y precipitado .....	161
Figura 4.14:	Dependencia del $t_{0.5}$ con la deformación para los aceros A–4 y M–4 .....	165
Figura 4.15:	Dependencia del $t_{0.5}$ para la recristalización estática con la velocidad de deformación para los aceros A–4 y M–4 .....	167
Figura 4.16:	Dependencia del $t_{0.5}$ con la temperatura para los aceros A–4 y M–4 .....	169

Figura 4.17: Ajuste de los resultados experimentales del $t_{0.5}$ con los calculados para el acero A-4 .....	171
Figura 4.18: Ajuste de los resultados experimentales del $t_{0.5}$ con los calculados para el acero M-4 .....	172
Figura 4.19: Comparación entre la fracción de ablandamiento experimental con la calculada ..	176
Figura 4.20: Dependencia del $t_{0.5}$ con la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4 .....	177
Figura 4.21: Energía de activación para la recristalización SRX + MDRX .....	179
Figura 4.22: Ajuste de los resultados experimentales del $t_{0.5}$ para la SRX + MDRX con los calculados .....	179
Figura 4.23: Comparación entre la fracción de ablandamiento experimental con la calculada..	182
Figura 4.24: Comparación de la curva PTT experimental con los modelos teóricos .....	186
Figura 4.25: Composición del carbonitruro complejo del tipo $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$ .....	189
Figura 4.26: Dependencia del tiempo para el 5 % de precipitación vs. deformación .....	191
Figura 4.27: Dependencia del tiempo para el 5 % de precipitación vs. velocidad de deformación .....	193
Figura 4.28: Comparación entre los resultados experimentales y los calculados por la ecuación 4.42 .....	194
Figura 4.29: Comparación entre los resultados experimentales y los calculados por la ecuación 4.45 .....	195
Figura 4.30: Comparación entre las curvas de precipitación calculadas con los resultados experimentales .....	197
Figura 4.31: Diagramas RPTT teóricos obtenidos mediante las ecuaciones constitutivas .....	200
Figura 1A: Curvas de fluencia de los dos aceros con $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$ .....	223
Figura 2A: Curvas de fluencia de los dos aceros con $\dot{\epsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$ .....	223
Figura 3A: Curvas de fluencia de los dos aceros con $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ .....	223
Figura 4A: Curvas de fluencia de los dos aceros con $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .....	224
Figura 5A: Curvas de fluencia de los dos aceros con $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ .....	224

Figura 6A:	Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 900 °C .....	225
Figura 7A:	Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 950 °C .....	226
Figura 8A:	Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 1000 °C .....	227
Figura 9A:	Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 1050 °C .....	228
Figura 10A:	Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 1100 °C .....	229
Figura 11A:	Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en el acero microaleado a 1150 y 1200 °C .....	230
Figura 12A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.05$ ) .....	231
Figura 13A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.15$ ) .....	232
Figura 14A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.25$ ) .....	233
Figura 15A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.05$ ) .....	234
Figura 16A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.15$ ) .....	235
Figura 17A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.25$ ) .....	236

Figura 18A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.05$ )	237
Figura 19A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.15$ )	238
Figura 20A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.25$ )	239
Figura 21A:	Exponente de Avrami en el acero A-4	240
Figura 22A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.05$ )	241
Figura 23A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.15$ )	242
Figura 24A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.25$ )	243
Figura 25A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.05$ )	244
Figura 26A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.15$ )	245
Figura 27A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.25$ )	246
Figura 28A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.05$ )	247

Figura 29A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.15$ ) .....	248
Figura 30A:	Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ y $\epsilon = 0.25$ ) .....	249
Figura 31A:	Exponente de Avrami para el acero M-4 .....	250
Figura 32A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.05$ y $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1150 °C, b) 1100 °C, c) 1050 °C, d) 1000 °C, e) 950 °C, f) 900 °C, g) 850 °C, h) conjunto de curvas, i) curva PTT.....	251
Figura 33A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.15$ y $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1150 °C, b) 1100 °C, c) 1050 °C, d) 1000 °C, e) 950 °C, f) 900 °C, g) 850 °C, h) conjunto de curvas, i) curva PTT.....	252
Figura 34A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.25$ y $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1150 °C, b) 1100 °C, c) 1050 °C, d) 1000 °C, e) 950 °C, f) 900 °C, g) 850 °C, h) conjunto de curvas, i) curva PTT.....	253
Figura 35A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.05$ y $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.....	254
Figura 36A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.15$ y $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.....	255
Figura 37A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.25$ y $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.....	256
Figura 38A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.05$ y $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.....	257
Figura 39A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.15$ y $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.....	258
Figura 40A:	Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con $\epsilon = 0.25$ y $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT .....	259





ÍNDICE DE TABLAS		Pág.
Tabla 2.1:	Composición química de los aceros estudiados .....	50
Tabla 3.1:	Temperaturas de transformación de los aceros analizados .....	68
Tabla 3.2:	Tamaño de grano inicial en función de los tratamientos de austenización .....	71
Tabla 3.3:	Parámetros determinados a partir de las curvas de fluencia para el acero A-4 .	76
Tabla 3.4:	Parámetros determinados a partir de las curvas de fluencia para el acero M-4.....	78
Tabla 3.5:	Comportamiento de la microestructura según parámetros del proceso acero A-4 .....	85
Tabla 3.6:	Comportamiento de la microestructura según parámetros del proceso acero M-4 .....	85
Tabla 3.7:	Tiempos de recristalización estática y/o metadinámica para los aceros analizados a diferentes condiciones de conformado .....	89
Tabla 3.8:	Exponente de Avrami para el acero A-4 .....	95
Tabla 3.9:	Exponente de Avrami para el acero M-4 .....	95
Tabla 3.10:	Tiempos de comienzo y final de precipitación .....	113
Tabla 4.1:	Comparación entre los modelos determinados en el trabajo con otros autores .	144
Tabla 4.2:	Ecuaciones del ablandamiento y del endurecimiento .....	149
Tabla 4.3:	Relación semi-logarítmica del exponente de Avrami vs. $Z$ .....	153
Tabla 4.4:	Valores calculados de las constantes para el $t_{0.5}$ de DRX .....	153
Tabla 4.5:	Comparación entre los modelos determinados en el trabajo con otros autores .	158
Tabla 4.6:	Ecuaciones para los granos recristalizados dinámicamente .....	162
Tabla 4.7:	Exponentes de la deformación para los aceros A-4 y M-4 .....	165
Tabla 4.8:	Exponentes de la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4 .....	167
Tabla 4.9:	Comparación entre los modelos determinados en el trabajo y de otros autores.	172

Tabla 4.10:	Exponentes de la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4 .....	178
Tabla 4.11:	Comparación entre los modelos brindados en el trabajo con otros autores .....	180
Tabla 4.12:	Exponentes de la deformación en la cinética de precipitación .....	192

## INTRODUCCIÓN

En los últimos años ha surgido un interés creciente acerca del estudio de nuevas tecnologías para obtener materiales que presenten estructura con grano ultrafino (menores de  $1\ \mu\text{m}$ ). Los investigadores que trabajan en esta área del conocimiento nombran a los materiales policristalinos con tamaño de grano inferior a  $1\ \mu\text{m}$ , como de *grano ultrafino* (Ultrafine Grain, UFG), y a su vez los subdividen en *submicrométricos* (100 a 1000 nm) y en *nanométricos* ( $> 100\ \text{nm}$ ) [1,2].

El acero es uno de los materiales a los que se presta mayor atención en la actualidad y se prioriza a nivel internacional para obtener una estructura ultrafina, dado que es uno de los metales estructurales ampliamente empleados. Con microestructura ultrafinas se obtienen propiedades excepcionales, como una combinación de alta resistencia y tenacidad con composiciones químicas tradicionales. Además de las propiedades antes mencionadas, se logra mejorar la resistencia a la fatiga, un alto límite de fluencia, con relativamente buena ductilidad y soldabilidad [3]. En su estudio *Haduch* [3] plantea que la atención de los investigadores en esta área de ingeniería de materiales está dirigida a la búsqueda del “material perfecto”, aquel que aúna las mejores propiedades mecánicas.

Importantes estudios dentro de las tecnologías de producción de materiales con estructura de UFG han llevado a la creación de varias técnicas para obtenerlos. De todas ellas, las que más se distinguen por su posibilidad de producir entre medias y grandes cantidades de material son los llamados procesos de *Deformación Plástica Severa* (Severe Plastic Deformation, SPD) y principalmente los *Procesos Termomecánicos Avanzados* (Advanced Thermomechanical Processes, ATP).

Existen diversas técnicas que se basan en la SPD, desde el proceso por *presión en canal angular constante* (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) hasta la *forja multidireccional* (Multidirectional Forging, MF) [2,4–9], aunque la mayoría de estos procesos presentan el inconveniente de no poder aplicarse a grandes volúmenes de material [9].

Mientras que entre los ATP se distinguen entre los que controlan: la recristalización dinámica de la austenita durante la deformación en caliente [9–19], la transformación de la ferrita inducida por la deformación [17–31], el laminado en caliente intercrítico [32,33], el laminado en caliente en la región de la ferrita que implica básicamente la restauración de la ferrita durante la deformación en caliente [34–40], o por medio del laminado en frío con posterior recocido de acero martensítico [41–46].

Comentan *Song y col.* <sup>[9]</sup> que los procesos termomecánicos avanzados son menos efectivos en lo que respecta al refinamiento de grano, pero más adaptables a las grandes producciones cuando se compara con los métodos de SDP. Sin embargo, en los procesos termomecánicos las condiciones de deformación y el enfriamiento tienen que ser cuidadosamente controlados porque son las condiciones fundamentales que rigen el control del tamaño de grano final <sup>[9]</sup>.

Actualmente las tecnologías por ATP, muchas de ellas exclusivas a escala de laboratorio, están siendo apreciadas y extendidas su potencialidades en aplicaciones tecnológicas. Su evolución sigue dos caminos principales: primero, la amplia investigación del comportamiento mecánico – estructural en metales puros y aleaciones de grano ultrafino de interés industrial. Segundo, el creciente interés en el desarrollo de métodos de procesamiento escalables a nivel industrial (en términos de fiabilidad y factibilidad económica) para obtener grandes longitudes de estos materiales <sup>[9]</sup>.

Estos procesamientos permiten mejorar las propiedades mecánicas, especialmente en productos acabados, tales como chapas, perfiles, barras corrugadas, entre otras secciones, donde las características mecánicas tienden a obtenerse al final del proceso de termoconformado, y no es rentable desde un punto de vista económico acudir a encarecedores tratamientos térmicos post – proceso.

Como en estos procesos al final de la elaboración se consiguen buenas propiedades mecánicas, posibilitan la disminución de los elementos aleantes en la matriz del acero, permite eliminar tratamientos térmicos post–procesamiento (i.e. temple y revenido), mejora la soldabilidad debido a un bajo contenido de carbono y de otros elementos aleantes en comparación con los aceros de alta resistencia <sup>[9]</sup>. Además permiten aminorar o eliminar un gran número de operaciones tecnológicas para conseguir el producto final, aumentando la productividad del procesamiento y reduciendo con esto los costos de producción.

Comúnmente los equipos industriales presentan cierta rigidez en la modificación de las variables del proceso (i.e. velocidad de deformación, deformación y tiempo entre deformaciones), y es difícil desde un punto económico modificar el proceso productivo para cada material que se produce. Sin embargo, se puede actuar sobre la composición química del acero (sobre todo adicionando elementos microaleantes) y la temperatura de deformación se puede trabajar dentro de ciertos valores, para que una vez ajustada la composición y en el caso particular de los aceros microaleados la precipitación se produzca en la etapa deseada e influya en el retraso de la recrystalización.

Por lo que para poder controlar adecuadamente un proceso industrial es importante el conocimiento de los mecanismos y fenómenos metalúrgicos que intervienen durante el conformado, entre deformaciones sucesivas y el posterior enfriamiento, así como del equipamiento a emplear. Una vez que se conoce el comportamiento de los principales fenómenos metalúrgicos que intervienen en el proceso, tales como la recrystalización y restauración dinámica y/o estática, recrystalización metadinámica y la precipitación inducida por la deformación en aceros microaleados se puede establecer los parámetros correctos de laminado para obtener una microestructura sumamente fina al final del proceso.

Una de las herramientas más empleadas en la actualidad que ayuda a dar una respuesta rápida y económica al diseño de los procesos termomecánicos es la simulación numérica, que puede realizarse por medio del método de elementos finitos empleando programas computacionales. No obstante, para el correcto análisis numérico de los procesos de conformado es de suma importancia obtener las ecuaciones constitutivas que describan los fenómenos existentes durante el procesamiento en caliente. El conocimiento de las ecuaciones constitutivas que tienen en cuenta las relaciones entre las diferentes variables, permite desarrollar métodos colaterales que garanticen la viabilidad de un tratamiento termomecánico u otro, alcanzar la estabilidad de un material frente a los procesos termomecánicos y mejorar el rendimiento energético – económico de dicho tratamiento.

Dentro de los aceros, los más empleados son los estructurales ocupando más del 90 % del total consumido en el mundo <sup>[47]</sup>. Estos aceros permiten construir puentes, estructuras metálicas para industrias, estructura para hormigón armado, entre otras aplicaciones constructivas unidas por medio de soldadura y/o remaches. En general se busca en estos aceros un alto límite de fluencia, soldabilidad, tenacidad, resistencia a la fatiga y buena relación resistencia – peso <sup>[16]</sup>. Por tales motivos existe en la actualidad un interés creciente para la creación de nuevos tipos de aceros que puedan conferir a las construcciones modernas excelentes propiedades mecánicas y precios competitivos que abaraten las inversiones frente a los aceros convencionales.

En el grupo de Investigación de Procesos de Conformado de Materiales Metálicos de la Universidad Politécnica de Cataluña se han estudiado dos aceros estructurales, el primero al C–Mn y el segundo con la misma composición química base pero microaleado al Nb–V. Éstos, por su composición y características se encuentran dentro de la gama de *aceros de alta resistencia* (High Strength Steels, HSS) (figura 1); siendo el primero un acero al C–Mn y el segundo uno de *alta resistencia y baja aleación*, del acrónimo en inglés (High Strength Low Alloy, HSLA).

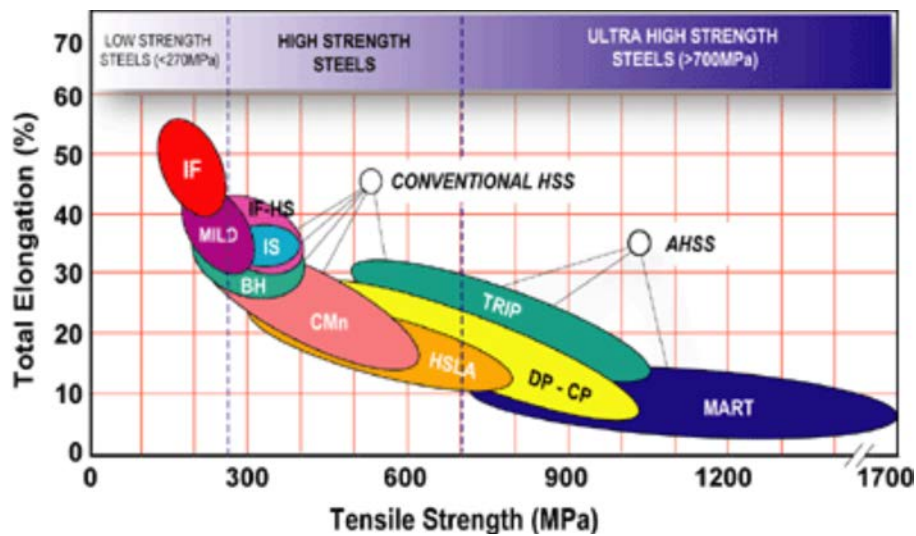


Figura1: Clasificación de algunos aceros en función de su conformabilidad en términos de alargamiento y de resistencia mecánica [47].

Al final del proceso de conformado las principales propiedades que se requieren alcanzar en los aceros estudiados son niveles de resistencia y tenacidad equiparables con los *aceros de ultra alta resistencia* (Ultra High Strength Steels, UHSS). Se ha visto en otros estudios que mediante la disminución del tamaño de grano a escala submicrométrica es posible incrementar las propiedades mecánicas, necesitando para ello controlar cuidadosamente las condiciones de conformado. Para diseñar correctamente estos procesos y adaptar la composición química al laminado de cualquier perfil estructural es necesario un estricto conocimiento de los fenómenos metalúrgicos presentes, puesto que la modificación de la composición química y de las variables de conformado influyen directamente sobre la microestructura.

En investigaciones previas se ha estudiado que mientras menor es el tamaño de grano austenítico inicial al proceso de transformación de fase es posible alcanzar, luego de ésta, una ferrita sumamente fina. Una de las formas de conseguir una austenita afinada o deformada antes del proceso de transformación es mediante la microadición en el acero de algunos elementos, tales como Nb, Ti, V de forma individual o conjunta. Estos elementos al precipitar durante el proceso de conformado intervienen en el control de la microestructura austenítica, logrando inhibir los procesos de recrystalización y de descomposición de la austenita.

En este trabajo se pretende estudiar la influencia que presenta de la microadición con Nb-V sobre los fenómenos de ablandamiento dinámico y estático, puesto que aunque se ha investigado previamente el empleo de microadiciones similares a la analizada en este trabajo, todavía quedan muchos aspectos a investigar y discutir sobre esta temática. En literatura el número de estudios

enmarcados en aceros microaleados conjuntamente con Nb-V es relativamente reducido en comparación al estudio del efecto de la adición de cada elemento de forma individual sobre los fenómenos previamente citados. La principal ventaja que se atribuye a la incorporación de ambos elementos al acero es la ampliación del intervalo de temperatura sobre la cual ocurre la precipitación, así como la influencia de ésta sobre los fenómenos de crecimiento de grano y de ablandamiento.

## **OBJETIVO GENERAL**

Caracterizar termomecánicamente los aceros estructurales desarrollados con el fin de evaluar los fenómenos metalúrgicos que controlan el tamaño de grano austenítico y obtener las ecuaciones constitutivas para emplearlas como herramienta en la optimización del proceso de laminado.

## **OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- Caracterizar el comportamiento del tamaño de grano austenítico previo a la deformación con la variación de la temperatura de austenización, determinando el efecto de la microaleación con Nb-V sobre el tamaño de grano austenítico inicial.
- Evaluar la cinética de recrystalización dinámica en los dos aceros en estudio empleando ensayos de compresión simple, delimitando la influencia de los elementos Nb-V sobre la recrystalización dinámica y su dependencia con los parámetros del proceso (temperatura, deformación y velocidad de deformación).
- Determinar la cinética de recrystalización estática y/o metadinámica en ambos aceros mediante ensayos de relajación de tensiones para evaluar la influencia de los parámetros de conformado y el efecto de la microadición con Nb-V sobre dichos fenómenos.
- Estudiar el fenómeno de precipitación inducida por la deformación de carbonitruros complejos en el acero microaleado al Nb-V mediante ensayos de relajación de tensiones, construyendo a partir de los resultados los diagramas PTT, comprobando los tiempos de precipitación y la morfología por medio del Microscopio Electrónico de Barrido con Cañón de Emisión de Campo, y la composición de los precipitados mediante microanálisis.
- Construir los diagramas RPTT para el acero microaleado bajo las diferentes condiciones ensayadas, evaluando la interacción entre los fenómenos de recrystalización estática y/o metadinámica con la precipitación inducida por la deformación.

- Obtener y validar los modelos matemáticos que permitan determinar la cinética de recrystalización dinámica, estática y metadinámica en ambos aceros.
- Obtener y validar el modelo matemático que prediga la cinética de precipitación inducida por la deformación en el acero microaleado, teniendo en cuenta la formación de carbonitruros complejos del tipo  $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$ .

## APORTES

- Influencia de la microadición conjunta de Nb–V sobre el retraso de la recrystalización dinámica, estática y/o metadinámica en forma de soluto y precipitado.
- Ecuaciones constitutivas para dos nuevos aceros que permitan predecir el comportamiento de los ablandamientos dinámicos y estáticos presentes durante y después de la deformación en caliente teniendo en cuenta los parámetros tecnológicos.
- Puesta a punto de un novedoso sistema de ensayo (relajación de tensiones) que reduce drásticamente la cantidad de ensayos a efectuar respecto a las técnicas reportadas en bibliografía.
- Modelo matemático que garantice calcular la cinética de precipitación, basado en la precipitación de carbonitruros complejos del tipo  $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$  teniendo en cuenta los parámetros de deformación.

Todo el trabajo realizado se estructura en cuatro capítulos:

1. Revisión bibliográfica
2. Materiales y procedimiento experimental
3. Resultados experimentales y discusión
4. Ecuaciones constitutivas que describen los fenómenos existentes

Conclusiones

Recomendaciones

Bibliografía

Anexos



## CAPÍTULO 1

### REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

#### 1.1 Ultra-refinamiento de grano en aceros.

Las enormes ventajas que ofrece el afino de grano en cualquier material y particularmente en el acero, ha conllevado en esta década al constante desarrollo científico y tecnológico para obtenerlos. Se ha estudiado que entre los mecanismos de endurecimiento, el afino de grano es el único medio que permite mejorar simultáneamente la resistencia y tenacidad, garantizando que se incrementen otras propiedades mecánicas. Las metas trazadas en estas investigaciones han sido principalmente las de alcanzar una microestructura ultrafina o nanométrica, los mecanismos para poderla obtener y en muchos de los casos la evaluación de las propiedades mecánicas.

Diferentes investigadores que han abordado la temática de ultra-refinamiento de grano, nombran a los materiales cristalinos con tamaño de grano igual o inferior a  $1\ \mu\text{m}$  como *materiales con grano ultrafino*, del acrónimo en inglés Ultra-Fine Grain, UFG [1, 2, 4-8]. Mientras que Song [9] en su análisis de este tipo de microestructura considera un tamaño de grano ultrafino a valores como máximo de  $2\ \mu\text{m}$ . En su trabajo Song [9] hace énfasis en que el campo de aplicación para materiales ultrafinos es amplio, alcanzando varios sectores donde las propiedades mecánicas deben ser superiores, tales como: alta resistencia, alta relación resistencia – peso y excelente vida a la fatiga para satisfacer muchos requerimientos que materiales convencionales no cubren. Por esta razón existe un gran interés en aplicaciones de estos materiales en la industria aeroespacial, militar, transporte y la construcción.

Muchos grupos de investigación estudian vías de obtención de granos ultrafinos en aceros y su caracterización, y tienen como principal motivación el considerable aumento de las propiedades del material en comparación a los que presentan un tamaño convencional. Para aceros al carbono ha sido reportado que después de un laminado convencional se puede alcanzar un grano ferrítico mínimo de entre 14 a  $20\ \mu\text{m}$  (ASTM N° 9 – 8) [47], mientras que para microaleados se logra un rango de 3 –  $5\ \mu\text{m}$  (ASTM N° 12 – 13) [26].

El incremento de las propiedades mecánicas cuando disminuye el tamaño de grano se explica por la ecuación general de Hall-Petch. Esta relación entre el límite elástico y el tamaño de grano se basa en el hecho de que al llegar al límite de grano, las dislocaciones se detienen y para continuar la deformación se debe aplicar un esfuerzo mayor extra para que la dislocación cambie al plano

favorable del grano adyacente. Por lo tanto, un material con grano fino será más resistente que uno con un grano más grueso. Siguiendo este principio se establece la ecuación 1.1, relacionando la tensión con el tamaño de grano:

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y d^{-1/2} \quad (1.1)$$

Siendo  $\sigma_y$  la tensión de fluencia,  $\sigma_i$  la tensión de fricción de red que se opone al movimiento de las dislocaciones,  $k_y$  es la resistencia del límite de grano dependiente de cada material y  $d$  es el tamaño de grano en  $\mu m$ .

En la figura 1.1 se observa a modo de ejemplo que con la disminución del tamaño de grano de ferrita en un acero al carbono evaluado por Nagai<sup>[12]</sup>, se provoca un incremento en la resistencia del acero, tal y como predice la ecuación de Hall-Petch. Con un tamaño igual a 20  $\mu m$  la resistencia alcanzada es de 300 MPa, mientras que con 0.5  $\mu m$  se obtiene una de 740 MPa, resultado de resistencia que duplica al del tamaño de grano convencional.

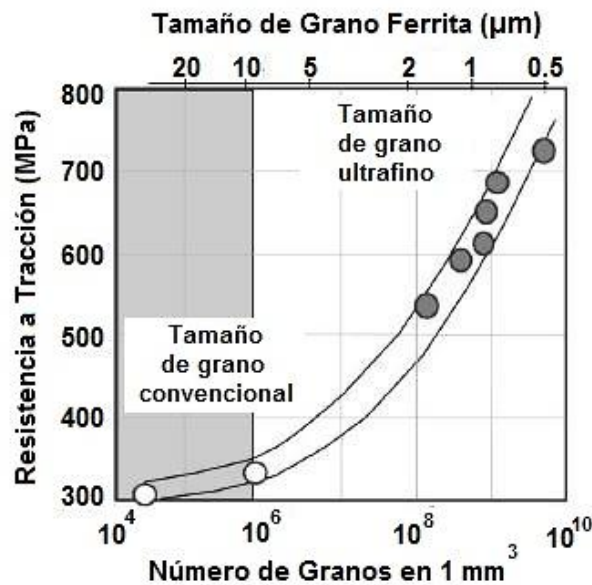


Figura 1.1: Incremento de la tensión de fluencia del material con la disminución del tamaño de grano, Nagai<sup>[12]</sup>.

A lo largo de estos años se han efectuado importantes estudios dentro de la producción de materiales con estructura UFG, y estos han llevado a la creación de varias técnicas para obtenerlos que puedan ser viables a la hora de escalarse a nivel industrial. Estas se pueden agrupar en técnicas pulvimetalúrgicas, procesos de Deformación Plástica Severa (Severe Plastic Deformation, SPD) y Procesos Termomecánicos Avanzados (Advanced Thermomechanical

Processes, ATP), que básicamente es una técnica de control microestructural por medio de tratamiento termomecánico y enfriamiento controlado.

De estas rutas, los ATP son las que menos capacidad de refinamiento de grano presentan, porque se pueden obtener solamente tamaños a escala submicrométrica <sup>[9]</sup>. A pesar de que sean menos efectivas en el refinamiento, llega a ser interesante su empleo puesto que son técnicas más adaptables a grandes producciones y longitudes, permitiendo incorporarse a nivel industrial con modificaciones básicamente en el procesamiento y mediante la adaptación de la composición química del acero al proceso. Para ello hay que hacer un uso adecuado de los parámetros tecnológicos fundamentales que intervienen en el tamaño de grano final, tales como: temperatura de austenización, temperatura de deformación, velocidad de deformación, deformación, tiempo entre deformaciones y velocidad de enfriamiento.

Actualmente estas tecnología por ATP, en general exclusivas de investigaciones a escala de laboratorio, están siendo apreciadas y extendidas en aplicaciones tecnológicas. Esta evolución está siguiendo dos vías principales: la amplia investigación del comportamiento estructural – mecánico en metales puros y aleaciones con UFG de interés industrial y el creciente interés en el desarrollo de métodos de procesamiento escalables a nivel industrial (en términos de fiabilidad y factibilidad económica) para obtener cantidades apreciables y grandes longitudes de estos materiales.

En esta segunda vía se encaminará la presente investigación, y para ello se analizarán en los siguientes epígrafes los fenómenos que actúan durante los procesos de deformación en caliente, así como los procesos termomecánicos avanzados empleados en la actualidad, con sus particularidades y las propiedades mecánicas obtenidas después del procesamiento.

### **1.2 Fenómenos que intervienen durante el procesamiento en caliente.**

La evolución microestructural de los aceros durante el conformado en caliente (elaborados mediante laminado, forja o extrusión) dependen de varios fenómenos. Entre ellos se encuentran: la recristalización dinámica y estática, restauración dinámica y estática, recristalización metadinámica, precipitación inducida por la deformación en aceros microaleados y finalmente la transformación de fase.

Para lograr un eficiente control de la microestructura y del proceso se requiere de una comprensión precisa del comportamiento del material durante la deformación y la transformación al final del proceso. Sobre todo es necesario el conocimiento de los mecanismos que gobiernan la

deformación plástica, y particularmente el papel del endurecimiento y del ablandamiento que actúan durante el proceso de conformado y entre pasadas.

Un ejemplo de los fenómenos que actúan durante la deformación y un tiempo posterior se muestran en la figura 1.2. Se puede destacar de entrada que estos mecanismos presentan una correspondencia con las variables del proceso, así como también con la energía de falla de apilamiento del material [48]. Se establece que durante el trabajo en caliente y dependiendo de la reducción que se esté aplicando, se puede dar de forma simultánea a la deformación mecanismos de ablandamiento tales como: la restauración, e incluso en algunos materiales la recrystalización. En este caso estos procesos se denominan *dinámicos*, dado que tienen lugar al mismo tiempo que es aplicada la deformación [48].

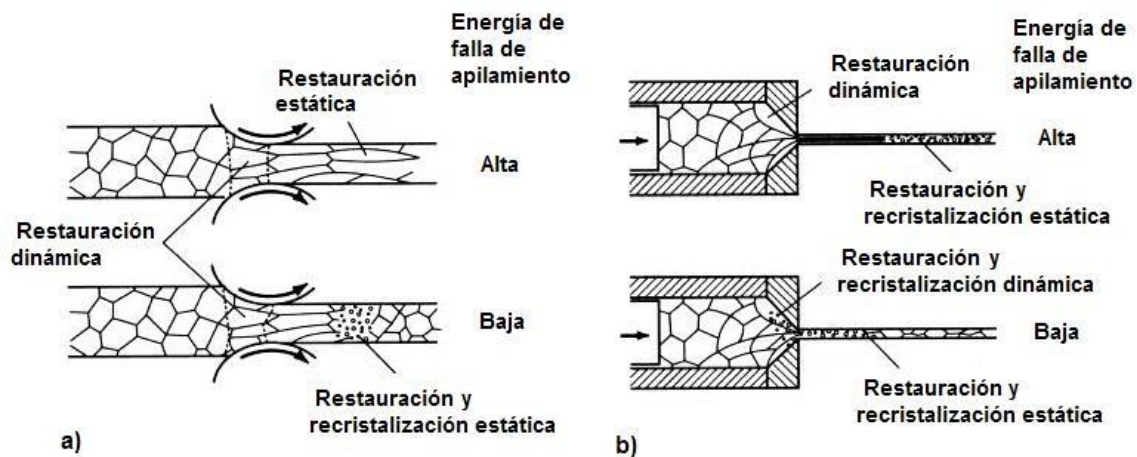


Figura 1.2: Efecto del trabajo en caliente sobre la microestructura final: a) laminado con una reducción del 50% del espesor, b) y extrusión con una reducción del 99% [48].

Posterior al conformado, si no se enfría inmediatamente el material, este restaurará y/o recrystalizará estáticamente con el objetivo de eliminar la energía almacenada, dado que la estructura de dislocaciones inducidas por el propio proceso de deformación lo hace termodinámicamente inestable.

Una de las formas para controlar la microestructura durante el proceso de recrystalización es mediante la microadición de algunos elementos, tales como: Nb, V y Ti, de forma individual o conjunta. Estos garantizan un estricto control de la microestructura, limitan el crecimiento del grano y logran retrasar la recrystalización estática, metadinámica y/o dinámica. Estos elementos permiten el retraso de la recrystalización por la formación de pequeños precipitados que anclan eficazmente los límites de grano o bien lo dificultan por el mecanismo de arrastre de soluto. Adicionalmente, tanto como soluto o como precipitado pueden endurecer la matriz.

Como ya se ha comentado, se pueden identificar cinco mecanismos diferentes de ablandamiento que operan durante el proceso, entre pasadas o después de la deformación, estos son: *la restauración estática* (Static Recovery, SRV), *recristalización estática* (Static Recrystallization, SRX), *recristalización metadinámica* (Metadynamic recrystallization, MDRX), *restauración dinámica* (Dynamic Recovery, DRV) y *recristalización dinámica* (Dynamic Recrystallization, DRX) [47–49].

### 1.2.1 Restauración estática (SRV).

El fenómeno de *restauración estática* (SRV) es iniciado inmediatamente después del cese de la deformación sin la necesidad de un tiempo de incubación. Tan sólo es necesario disponer de activación térmica para que la aniquilación de las dislocaciones se lleve a cabo de forma individual y parte de la energía que fue almacenada durante la deformación plástica es liberada por el reordenamiento o disminución de las dislocaciones y el movimiento de límites de grano. Ésta ocurre en materiales deformados sin la migración de límites de granos con alto ángulo, es decir, sin la creación de nuevos granos [50].

A bajas temperaturas de trabajo esto es, cercanas a  $0.2 T_f$  (donde  $T_f$  es la temperatura de fusión en K) las reacciones que se producen son la aniquilación de lagunas de dislocaciones y la migración de defectos puntuales a los límites de grano o dislocaciones [51]. Sólo a temperaturas intermedias ( $0.2-0.3T_f$ ) ocurre la aniquilación de las dislocaciones de signo contrario y un reordenamiento de las dislocaciones en límites de bajo ángulo. A temperaturas mayores, acontece el escalamiento y posible deslizamiento transversal de las dislocaciones [51], lo que facilita la aparición de la poligonización y la formación de subgranos con arreglos complejos. Esta característica se puede observar en la figura 1.3, en donde se detalla las etapas de este fenómeno.

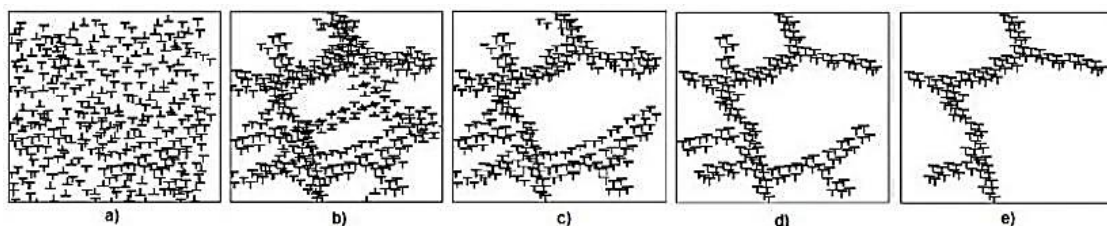


Figura 1.3: Etapas de la restauración estática para un material deformado: a) generación de dislocaciones, b) formación de nuevas celdas en granos existentes, c) recuperación de las dislocaciones con granos más regulares en presencia de límite de grano con bajo ángulo, d) formación de nuevos arreglos de granos regulares y límites de subgranos, e) crecimiento en donde las dislocaciones se reorganizan en formas simples o simétricas inclinando el límite de subgrano [50].

Mediante este proceso se induce a la formación de celdas y subgranos que apenas alteran la forma y/o el tamaño de grano. Los cambios mecánicos producidos por este reordenamiento son pequeños, aunque microestructuralmente puede ayudar a la recrystalización estática, proporcionando lugares para la nucleación de nuevos granos recrystalizados.

### 1.2.2 Recrystalización estática (SRX).

Después del proceso de deformación del material, si este se mantiene sin deformar durante un tiempo a elevadas temperaturas, después de la restauración tiene lugar el fenómeno de la recrystalización estática.

Los granos al recrystalizar nuclean preferentemente en los antiguos límites de grano y en los defectos intercrystalinos. A medida que el proceso avanza tiene lugar una nucleación limitada en el interior de los granos, en regiones con alta deformación. Estas pueden ser en las bandas de deformación, que posteriormente crecen a expensas del material deformado hasta que éste es sustituido totalmente por una nueva estructura de granos libres de defectos.

Este mecanismo se produce por la sustitución gradual de los granos deformados por nuevos, eliminando las dislocaciones de forma colectiva, con la nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de defectos después de la deformación. El tiempo entre pases, el tamaño de grano inicial, la deformación, velocidad de deformación y temperatura son parámetros empleados para describir la cinética de recrystalización estática <sup>[52,53]</sup>, la cual perfectamente puede tener lugar después de la recrystalización dinámica.

Teniendo en cuenta que la recrystalización se inicia por la nucleación de nuevos granos, es necesario un tiempo de incubación y una cantidad de energía almacenada mayor a un valor crítico, que es característico de cada material <sup>[53]</sup>. La nucleación de nuevos granos se produce preferentemente en donde la deformación se localiza y energéticamente es más favorable, es decir, en los límites de granos, bandas de deformación y precipitados cuando son suficientemente grandes para actuar como núcleos heterogéneos. Existen tres mecanismos diferentes para el crecimiento de grano en la recrystalización estática (SRX) <sup>[54]</sup>:

- (I) Crecimiento de subgranos: ocurre cuando los núcleos se forman mediante un proceso de crecimiento de celdas o subgranos heterogéneos en un área de alta deformación. Este ocurre a elevada temperatura, tras la reorganización por poligonización de las dislocaciones en materiales de baja energía de falla de apilamiento (EFA). Las dislocaciones acumuladas en las paredes de los contornos permiten el aumento de la desorientación con los granos adyacentes, su movilidad y posteriormente su transformación en límites de alto ángulo.

(II) Coalescencia de subgranos: Como la migración de los subgranos requiere de un proceso de difusión atómica, este proceso difusional puede hacer girar el borde de grano hasta que su vecino esté en una dirección similar. Los dos se unen (coalescen) para formar un grano grande con la migración del límite. Este fenómeno se representa en la figura 1.4 [55].

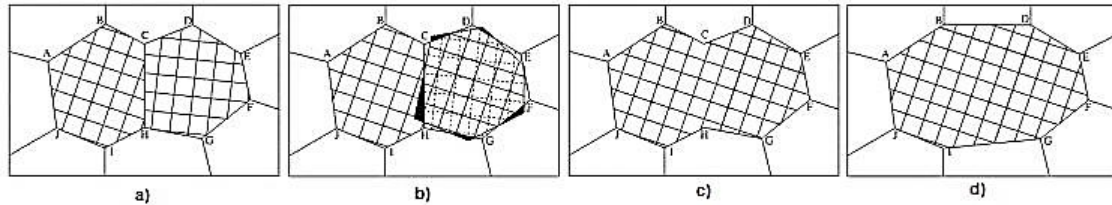


Figura 1.4: Representación de nucleación por el mecanismo de coalescencia de subgranos por rotación [55].

El proceso de coalescencia de subgranos puede reducir la energía almacenada, mediante una reducción en la energía total del contorno de subgranos. Es un proceso térmicamente activado con la ayuda del deslizamiento y escalada de las dislocaciones, y por tanto acelerado con la temperatura. Durante la coalescencia, los subgranos más pequeños son consumidos por uno mayor y en consecuencia el tamaño aumenta [55]. Como resultado, habrá un incremento de la desorientación entre los subgranos coalescidos y los adyacentes. El aumento de esta diferencia en la orientación puede llevar a la aparición de un límite de alto ángulo capaz de moverse con alta velocidad, formando un núcleo de recrystalización.

(III) Migración de contornos de grano inducida por la deformación: esta migración de contorno entre los granos, marcado por diferentes tamaños de subgranos se encuentran a orientar un grano con estructura gruesa hacia una estructura más fina, provocando que surja o crezca una región con subestructura libre de deformación en el interior de un grano más deformado. Este fenómeno se pone en evidencia en la figura 1.5.

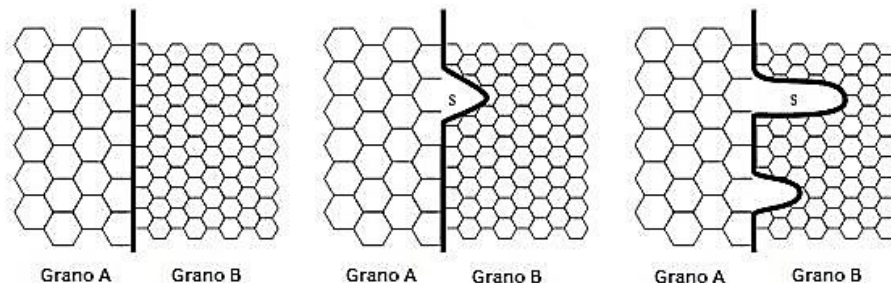


Figura 1.5. Representación de la nucleación por el mecanismo de migración de contornos de grano inducido por la deformación [54].

Cualquiera de estos mecanismos descritos puede conllevar al crecimiento de un contorno de alto ángulo, moviéndose hacia la parte deformada. La velocidad de migración del límite de grano es totalmente sensible a la presencia de partículas, a la estructura de los granos que están migrando y a la relación entre el grano en crecimiento con la matriz deformada <sup>[54]</sup>. Los precipitados y las impurezas tienen un efecto directo sobre la cinética de la SRX, ya que logran retrasar el movimiento de los límites de granos <sup>[54]</sup>. El movimiento de los límites de grano debe arrastrar a las impurezas hacia los contornos o separarlas de la concentración, pero debe de existir una fuerza motriz ( $F_R$ ) capaz de vencer la fuerza de anclaje de los precipitados ( $F_P$ ) para que ocurra la SRX, figura 1.6.

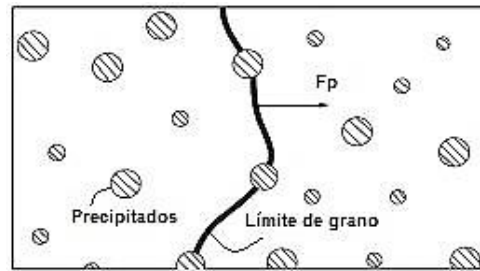


Figura 1.6: Partículas dispersas que hacen retardar la migración de borde de grano por la fuerza de anclaje <sup>[54]</sup>.

La evolución que experimenta la fracción de material recrystalizada a una temperatura en que resulte posible dicho proceso ( $X_a$ ) obedece una ley sigmoideal frente al tiempo de permanencia, cuya expresión más común es la ecuación de Jonson–Mehl–Avrami–Kolowgorov (JMAK), típica de los procesos de nucleación y crecimiento, comúnmente conocida como la “Ley de Avrami”:

$$X_a = 1 - \exp \left[ -c \left[ \frac{t}{t_x} \right]^n \right] \quad (1.2)$$

Donde  $X_a$  representa la fracción de volumen recrystalizada,  $t$  el tiempo transcurrido desde que concluyó la deformación,  $t_x$  el tiempo necesario para obtener una determinada fracción recrystalizada,  $c$  es una constante y  $n$  el exponente de Avrami. La constante  $c$  se define de la condición  $t/t_x=1$ , siendo  $c$  igual a:

$$c = -\ln(1 - f_x) \quad (1.3)$$

Donde  $f_x$  es la fracción recrystalizada transcurrido un tiempo  $t_x$ . Si se considera una fracción recrystalizada del 50 % ( $f_x = 0.5$ ), sustituyendo la ecuación 1.3 en la 1.2 se obtiene:



$$X_a = 1 - \exp \left[ - \ln 2 \left[ \frac{t}{t_{0.5}} \right]^n \right] \quad (1.4)$$

siendo  $t_{0.5}$  el tiempo correspondiente al 50 % del volumen recrystalizado. La ecuación (1.4) describe la dependencia de la fracción recrystalizada a una temperatura determinada. El tiempo transcurrido para obtener un porcentaje recrystalizado queda expresado en función de  $t_{0.5}$ . Así, por ejemplo, para alcanzar una fracción del 95 % tendrá que transcurrir un tiempo  $t = 2.08 t_{0.5}$ . Por tanto, para poder expresar  $t$  en términos absolutos es necesario determinar  $t_{0.5}$ . Los factores que controlan la cinética de recrystalización estática son [52]:

*Deformación ( $\epsilon$ ):* un aumento de esta magnitud provoca un incremento de la energía almacenada en el material en forma de área de límites de grano, límites de subgranos, estructuras celulares de dislocaciones y dislocaciones ramificadas ("bosques" de dislocaciones). Esta energía es la fuerza impulsora de la recrystalización, de manera que un incremento de la deformación supone que se acelere el proceso de recrystalización estática.

*Temperatura ( $T$ ):* la recrystalización resulta de la combinación de los procesos de nucleación y crecimiento de nuevos granos, ambos activados térmicamente, por lo que un aumento de la temperatura trae consigo un incremento de la velocidad de recrystalización.

*Velocidad de deformación ( $\dot{\epsilon}$ ):* expresa la velocidad de generación de los defectos responsables de la energía almacenada, que resulta de un balance entre el endurecimiento por deformación y el de relajación (eliminación de dislocaciones) durante la deformación. Para una deformación dada, el aumento en la velocidad de deformación también acelera la cinética de recrystalización, aunque su influencia es inferior a la temperatura y la deformación.

*Tamaño de grano ( $d_0$ ):* los nuevos granos recrystalizados nuclean preferentemente en los límites de grano ya existentes. Una microestructura de partida fina incrementa la velocidad de nucleación y por tanto acelera el comienzo de la recrystalización.

*Composición química:* todos los elementos en solución, salvo el carbono, retrasan la recrystalización de la austenita, siendo los microaleantes los que producen un efecto más acusado en comparación con otros elementos normalmente presentes en el acero.

Un incremento de los factores que favorecen el comienzo de la recrystalización, da como resultado una disminución del tiempo de comienzo del ablandamiento. Esta influencia se expresa mediante una ecuación general de tipo *Arrhenius*, confirmada por varios autores [53,56-61]:

$$t_{0.5} = A \epsilon^p \dot{\epsilon}^q d_0^s \exp [Q_{REX}/RT] \quad (1.5)$$

Donde  $\dot{\epsilon}$  se expresa en  $s^{-1}$ ,  $d_0$  en  $\mu m$  y  $T$  en  $K$ , y donde  $Q_{REX}$  es la energía de activación para la recristalización estática en  $J/mol$ ,  $R$  la constante de los gases ( $8.31 J/mol \cdot K$ ), y  $p$ ,  $q$ ,  $s$  y  $A$  son constantes que varían en dependencia de la composición química del acero.

En la bibliografía se pueden encontrar algunos modelos que describen la cinética de recristalización estática [53,59,60]. La mayoría de ellos sólo consideran la influencia cualitativa de ciertos elementos aleantes de forma individual y no de forma colectiva, y sólo son aplicables a algunas familias de aceros. Partiendo de este hecho, se puede concluir que para conocer la cinética de recristalización estática en determinadas composiciones de aceros es necesario determinarlas experimentalmente, puesto que brindará un resultado más confiable.

Estudios previos han empleado y clasificado varias técnicas experimentales encargadas de determinar la cinética de recristalización estática. Estas pueden ser catalogadas como las de observación directa y los estudios indirectos, llamados métodos mecánicos [62]. Entre las técnicas de observación directa se encuentran la microscopía óptica (OM) y la difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Y dentro de los métodos mecánicos [47,53,56–63], que están basados en la evaluación del ablandamiento del material están los ensayos de doble deformación (DH) y los de relajación de tensiones (SR). De todas estas técnicas una de la más confiable y eficiente es el método de relajación de tensiones, puesto que con una sola prueba es posible revelar la cinética de recristalización estática y/o metadinámica completa [63] a una condición dada.

### 1.2.3 Recristalización metadinámica (MDRX).

Si se produce DRX durante la deformación y ésta se interrumpe, los núcleos de la recristalización que ya se han formado pueden seguir creciendo por la migración de límites de grano y ahora sin necesitar período de incubación, lo que resulta en una recristalización estática pero más rápida. Este fenómeno se conoce como *recristalización metadinámica* (MDRX).

En la teoría clásica se detalla que la cinética de MDRX depende de la velocidad de deformación y la temperatura, pero no de la deformación y la microestructura austenítica inicial. Sin embargo, recientes estudios [47,48,64] han demostrado que la cinética de la MDRX puede ser dependiente de la deformación cuando ésta se encuentra en el rango de  $\epsilon_c < \epsilon < \epsilon_T$  (ver figura 1.7), donde  $\epsilon_T$  es una deformación crítica en la que la deformación no tiene influencia sobre la cinética de MDRX, es decir, el ablandamiento es independiente de la deformación. Dentro del rango  $\epsilon_c < \epsilon < \epsilon_T$ , la deformación puede influir en la cinética de MDRX porque sólo hay unos pocos núcleos formados por DRX y la recristalización estática puede ocurrir después de la deformación, lo que conlleva a un mecanismo mixto de recristalización estática y metadinámica.

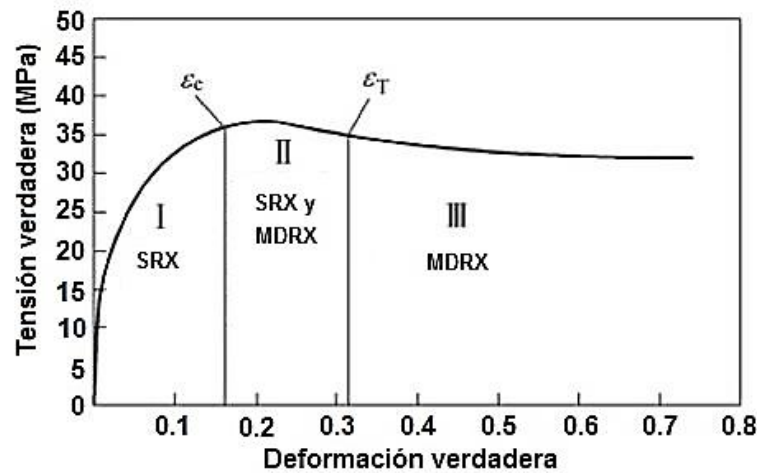


Figura 1.7: Fenómenos que actúan en un material después de la deformación [47].

Los estudios sobre la cinética de MDRX han revelado que en gran medida depende de la velocidad de deformación [47,48,64], observándose que un incremento de la velocidad de deformación lleva a una MDRX completa en un tiempo muy corto. Esto indica que la MDRX podría desempeñar un papel dominante en la laminación, en el que el tiempo interparse sea muy pequeño (inferior a 0.15 s), o en la franja de trenes de laminación en que el período entre pasadas sea menor que 1 s.

Similar a la DRX como se verá más adelante, el tamaño de grano recristalizado metadinámicamente no muestra dependencia del grano austenítico inicial y de la deformación cuando esta es superior a  $\epsilon_T$ . Sin embargo, su dependencia con la velocidad de deformación y la temperatura se describe por la siguiente ecuación:

$$d_{MDRX} = a_2 Z^{b_2} \quad (1.6)$$

donde  $a_2$  y  $b_2$  son constantes y  $Z$  es el parámetro de Zener – Hollomon. En esta ecuación, un alto valor de  $Z$  da como resultado un tamaño de grano más fino. Es posible adaptar las condiciones para que ocurra la MDRX durante el proceso a una temperatura relativamente baja, puesto que MDRX no es tan sensible a la temperatura de deformación, sino a la deformación impuesta [47]. La temperatura de deformación debe combinarse con una alta velocidad de deformación, lo que puede garantizar un incremento del valor de  $Z$  para un elevado refinamiento de grano austenítico. Este efecto, junto con la microadición de algunos elementos microaleantes en el acero, permite alcanzar al final del proceso de ablandamiento un grano más refinado.

### 1.2.4 Restauración dinámica (DRV).

El fenómeno de restauración dinámica, es decir, restauración concurrente con la deformación, provoca la aniquilación de pares de dislocaciones, así como su reordenamiento y la formación de una estructura estable de subgranos, que no son más que celdas de densidad de dislocaciones relativamente bajas, rodeadas de límites de alta densidad de dislocaciones. El proceso ocurre sin llegar a formarse verdaderos nuevos granos. Tiene lugar en materiales de alta energía de falla de apilamiento (usualmente los de estructura BCC) y en tales materiales ocurre relativamente rápido.

Esto trae consigo una disminución de la velocidad de endurecimiento en la deformación por aumento de la velocidad de aniquilación de dislocaciones, lo que da como resultado una fluencia de estado estable, es decir, se generan la misma cantidad de dislocaciones que las que se destruyen, desarrollándose una subestructura estable. Por eso las curvas tensión deformación alcanzan un valor de saturación.

Comentan varios autores <sup>[47,48,65]</sup> que en el caso de la restauración dinámica (DRV), la velocidad de recuperación depende de la energía de falla de apilamiento del material, la proporción de elementos de aleación y los parámetros de proceso (deformación, velocidad de deformación y temperatura de trabajo).

En la figura 1.8 se muestra esquemáticamente las diferentes etapas de restauración dinámica para un material deformado, desde la generación de las dislocaciones hasta la formación y crecimiento de los subgranos <sup>[65]</sup>. Se aprecia que las etapas de este fenómeno tienen cierta semejanza con el de restauración estática, pero por supuesto, esta ocurre mientras está deformándose el material.

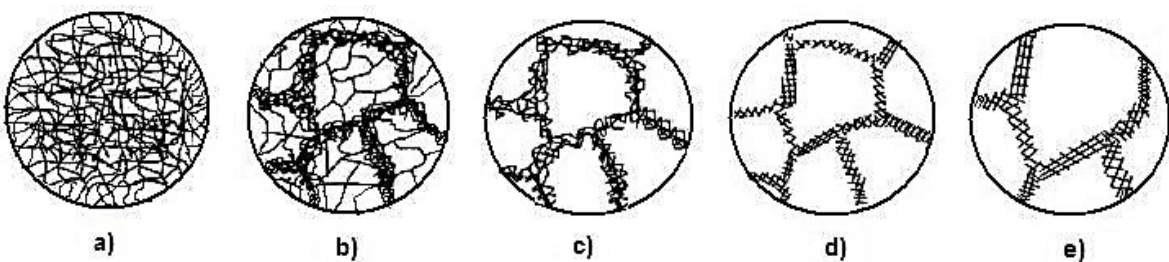


Figura 1.8: Etapas de la recuperación dinámica para un material deformado: a) generación de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de subgranos, e) crecimiento <sup>[65]</sup>.

### 1.2.5 Recristalización dinámica (DRX).

La recristalización dinámica (DRX) consiste en la nucleación y crecimiento de nuevos granos concurrente con la deformación, la que permite eliminar una parte de las dislocaciones generadas durante la etapa de endurecimiento [65]. Así, la DRX modifica la microestructura, siendo el mecanismo de ablandamiento más significativo producido con una evolución microestructural en determinadas condiciones de deformación. Tiene como particularidad que para que comience debe de aplicarse una deformación mínima,  $\varepsilon_c$  [65].

La recristalización dinámica es una potente herramienta para el control de la microestructura y de las propiedades mecánicas durante el procesamiento industrial [52,66,67]. Esta actúa cuando la recuperación dinámica no es suficiente para mantener la energía almacenada por debajo de un valor crítico y cuando la restauración dinámica evoluciona lentamente. Este valor de energía es el necesario para el inicio de la nucleación y depende de la temperatura, deformación, velocidad de deformación, tamaño y distribución del grano inicial.

Dos fenómenos importantes que ocurren durante la recristalización dinámica y que tienen influencia directa sobre la microestructura alcanzada al final del proceso son: la nucleación y el crecimiento del grano. Ambos están estrechamente relacionados con la densidad de dislocaciones, o sea, en la variación de la energía almacenada en los granos deformados y en los nuevos formados durante la deformación en caliente. Bajo la suposición de que la densidad de dislocaciones inicial es uniforme e idéntica para todos los granos primarios, es posible alcanzar la recristalización dinámica cuando se obtiene un valor crítico y la nucleación ocurre solamente en los contornos de grano.

Los mecanismos para explicar el proceso de nucleación de la recristalización dinámica fundamentalmente se dan por la migración del contorno de grano inducido por la deformación, donde hay migración de una parte del contorno de grano de ángulo de alta desorientación generando una región libre de deformación. En este modelo, la fuerza motriz para la recristalización resulta de la diferencia de densidades de dislocaciones entre granos adyacentes a la matriz deformada o recuperada y los granos recristalizados, provocando una reducción de la energía almacenada en el material deformado.

El mecanismo de nucleación actuante, conocido como *necklace*, se muestra en la figura 1.9. Después de la nucleación, los granos formados van desplazándose hacia el interior de los granos [68].

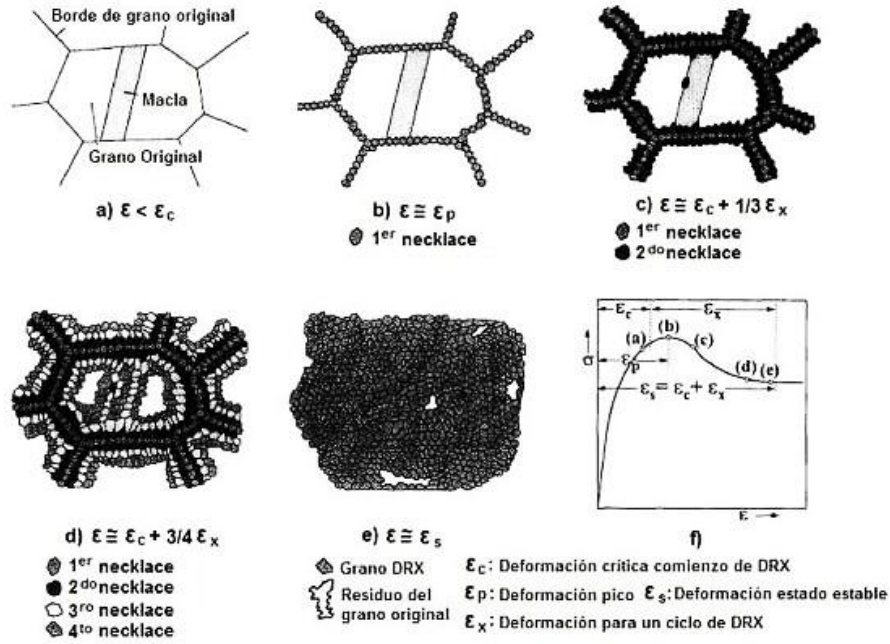


Figura 1.9: Evolución microestructural por formación de necklace consecutivo: a) deformación menor que la crítica, granos sin DRX b) el primer necklace se forma en los contornos c) el segundo se forma expandiendo la DRX por el interior de los granos y maclas d) y e) expansión del volumen de DRX consumiendo el interior del grano f) curva de fluencia correspondiente [68].

La recrystalización dinámica desempeña un papel importante en los procesos termomecánicos de los aceros [69]. La DRX afecta al refinamiento de grano durante y después de la deformación aplicada. En el último caso mediante recrystalización estática y/o metadinámica [70]. El inicio de la DRX depende de la deformación y la temperatura que puede ser descrita por el parámetro Zener – Hollomon ( $Z$ ) siguiendo la siguiente ecuación:

$$\epsilon_p = K \cdot d_0^n \cdot Z^m \quad (1.7)$$

donde  $K$  es el coeficiente de la deformación,  $d_0$  el tamaño de grano inicial,  $Z$  el parámetro de Zener – Hollomon,  $n$  y  $m$  los exponentes del tamaño de grano y  $Z$  respectivamente.

Es generalmente aceptado que el progreso de la recrystalización dinámica también sigue una ecuación del tipo *Avrami* (JMAK) [71,72]:

$$X = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (1.8)$$

Donde  $X$  es la fracción de volumen del material recrystalizado,  $t$  es el tiempo, siendo  $B$  y  $k$  constantes que describen la cinética de recrystalización dinámica.

*Sakai y Jonas* [73] observaron que el fenómeno de DRX no solamente depende del parámetro  $Z$  (combinación de velocidad de deformación y temperatura), sino también del tamaño de grano inicial. Estos autores observaron que cuanto más fino es el tamaño austenítico inicial, o sea recalentando el material a más baja temperatura, la deformación crítica para el inicio de DRX se reduce. Es decir, los granos finos son más fáciles de recrystalizar a igualdad del parámetro  $Z$ . Sin embargo, a una temperatura de austenización de 1300 °C se logra un grano inicial de austenita muy grueso, lo que provocó que en vez de que ocurriese DRX durante la deformación apareciera el fenómeno de DRV a las mismas condiciones de  $Z$ .

El grano dinámicamente recrystalizado depende solamente en un proceso termomecánico del parámetro  $Z$ , que se puede describir por la siguiente ecuación:

$$d_{DRX} = a_1 Z^{b_1} \quad (1.9)$$

donde  $a_1$  y  $b_1$  son constantes. Por lo tanto, un incremento de  $Z$  puede conducir al refinamiento del grano recrystalizado.

### 1.2.6 Precipitación y su interacción con DRX, SRX y MDRX.

La precipitación es uno de los fenómenos más importantes que acontece en el procesamiento en caliente de aceros microaleados. Este fenómeno juega un rol fundamental durante el proceso en el control de la microestructura austenítica, porque logra inhibir la recrystalización, influye en la descomposición de la austenita y en las propiedades mecánicas finales del acero.

La precipitación de carburos, nitruros y/o carbonitruros de los elementos microaleantes ocurre en dos etapas, la primera consta de la nucleación y la segunda del crecimiento dentro de la matriz metálica. Así la precipitación de las partículas de segunda fase empieza cuando la supersaturación del elemento alcanza un valor crítico. Los lugares preferentes para su nucleación y posterior crecimiento son los sitios de alta energía libre, tales como: las bandas de deformación, contornos de grano y de subgranos. Conforme se está deformando, en el material se generan nuevos sitios para la nucleación de estas partículas puesto que las dislocaciones también actúan como lugares de nucleación. De esta manera la precipitación es de hecho inducida por la deformación, disminuyendo el tiempo necesario para que ésta se inicie cuando se aplican mayores deformaciones. Este fenómeno puede ocurrir incluso mientras se deforma el material, pudiendo retardar la DRX y la SRX y/o MDRX de la austenita. El retraso de la recrystalización ocurre cuando la fuerza de anclaje desarrollada por una fina y homogénea distribución de precipitados supera la fuerza motriz para la recrystalización del material.

La cinética de precipitación inducida por la deformación ha sido determinada en algunas investigaciones por diversos métodos, tales como ensayos de dureza [74,75], microscopía electrónica de transmisión [76,77], ensayo de doble deformación [56,59,78], resistividad eléctrica [79] y ensayo de relajación de tensiones [58,80–88]. Esta última técnica necesita de menos material y número de ensayos y presenta una alta sensibilidad para detectar pequeños precipitados que aparecen al comienzo de la precipitación. Además refleja el final de la precipitación, puesto que existe un descenso de la tensión durante el proceso de relajación cuando se engrosan las partículas. Un ejemplo del resultado recogido en este ensayo termomecánico se muestra claramente en la figura 1.10, donde se grafica una curva de tensión de relajación versus el tiempo.

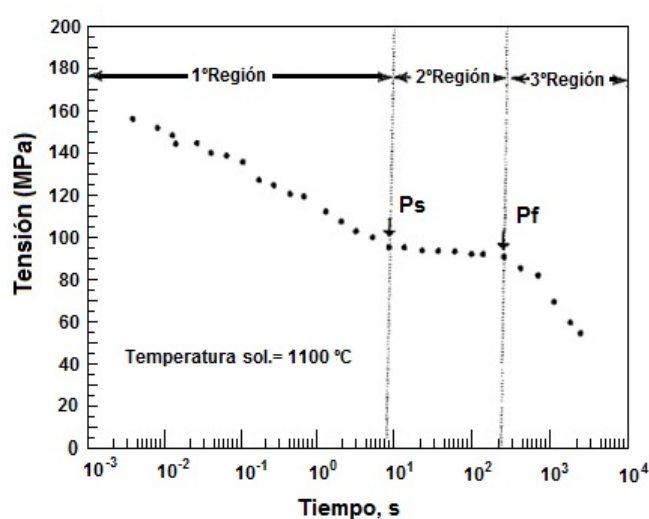


Figura 1.10: Ensayo de relajación de tensiones efectuado por *Djahazi y col.* [83].

En esta curva de relajación se diferencian claramente tres regiones [83]: la primera donde decrece la tensión obteniendo una pendiente negativa en que acontecen fenómenos de ablandamiento del material, la segunda que corresponde a una meseta asociada a la ocurrencia de la precipitación que frena momentáneamente el proceso de recrystalización y finalmente el intervalo entre el final de la precipitación con la continuidad del ablandamiento [83,84].

Varios trabajos han tenido como objetivo principal estudiar la cinética de precipitación en aceros microaleados al Nb, V, Ti, Ti-V, Ti-Nb [58,80–88], en las cuales han analizado esencialmente el efecto que tiene la microaleación sobre la cinética de precipitación de carbonitruros en aceros de bajo carbono, y en algunos casos el efecto de las condiciones de deformación. Sin embargo, queda por definir la influencia que tiene la microadición conjunta de algunos tipos de precipitados y la influencia de las variables del proceso sobre la cinética de precipitación en aceros microaleados al Nb-V, así como la influencia de elementos como el Mn y Si.



Basado en el método descrito por *Liu y col.* [80] y empleado por diversos autores [83,84], se distinguen dos puntos característicos en la curva de relajación. El primero llamado  $P_s$  (ver figura 1.10) que se corresponde al comienzo de la precipitación (considerado como un 5 % de la precipitación) y el segundo,  $P_f$ , que representa el final del estado de precipitación del material (95 %). Al determinar estos dos puntos característicos para cada temperatura, deformación y velocidad de deformación se puede construir el diagrama Precipitación–Tiempo–Temperatura (PTT), con los cuales se logra establecer las zonas en que se produce la precipitación, tanto estática como dinámicamente.

Como es sabido, para la mayoría de los procesos de deformación en caliente la recrystalización estática (SRX) es el mecanismo de ablandamiento dominante [61], y el que mayor influencia presenta sobre la evolución microestructural. Particularmente es importante en los aceros microaleados, en los cuales pequeñas cantidades de Nb, o de otro microaleante, ayudan a retardar o parar la recrystalización momentáneamente [61]. La cinética de recrystalización estática y/o metadinámica, el tamaño y el crecimiento de grano durante el tiempo interpase y la influencia de la composición química son factores que inciden sobre la microestructura final.

Se ha comprobado en diversas investigaciones [57,61–64,80,82,89] que la microadición de Nb, V, Ti, Al u otros elementos microaleantes en aceros al carbono logran retrasar la recrystalización estática y la dinámica. Algunos autores [57,61,62,80] han demostrado que el retraso de la recrystalización se debe a la aparición de finos precipitados en la matriz, pero otros concluyen [49,58,89] que el efecto soluto también juega un papel significativo en el control de la recrystalización. El efecto soluto es más eficaz a altas temperaturas que los precipitados, mientras que a bajas prevalecen los precipitados, aunque también parte del soluto que está disuelto en la matriz.

Para las operaciones tecnológicas de los aceros microaleados es importante conocer la interacción entre los fenómenos de recrystalización y precipitación durante el proceso industrial. Una manera de analizar esta interacción es a través del diagrama Recrystalización–Precipitación–Temperatura–Tiempo (RPTT), mostrado en la figura 1.11 [90].

En este diagrama,  $P_s$  y  $P_f$  representan el inicio y fin de la precipitación,  $R_i$  y  $R_f$  indican el comienzo y el fin de la recrystalización y donde  $T_0$  y  $T_{nr}$  corresponde a la temperaturas de solubilización y de no recrystalización respectivamente, siendo así termodinámicamente imposible que la precipitación ocurra por encima de la temperatura de solubilización, ya que los elementos permanecen en solución sólida. En este gráfico se puede observar que existe, a partir de una determinada temperatura y de un tiempo, la interacción entre la precipitación y recrystalización que puede ser dividida en tres regiones: una primera en donde la recrystalización tiene un comienzo y un fin sin que ocurra la interacción de estos fenómenos. Esto se debe a que a altas temperaturas los

elementos microaleantes están disueltos, y de esta forma no existe un retraso significativo y el comportamiento es semejante a un acero al carbono, aunque algo más lento debido al efecto de arrastre de soluto, particularmente significativo cuando el elemento microaleante es el Nb.

La segunda etapa, en donde la recrystalización sufre la influencia de la precipitación provoca un mayor retraso de la recrystalización precisamente por estar presentes los precipitados. Deformaciones aplicadas en este estado lleva a formar una estructura mixta, con la presencia de granos deformados debido a la inhibición de la recrystalización por la precipitación, y de granos muy finos. Y teóricamente en la tercera etapa ocurre primero la precipitación y la recrystalización no ocurre hasta superar la fuerza de anclaje de los precipitados.

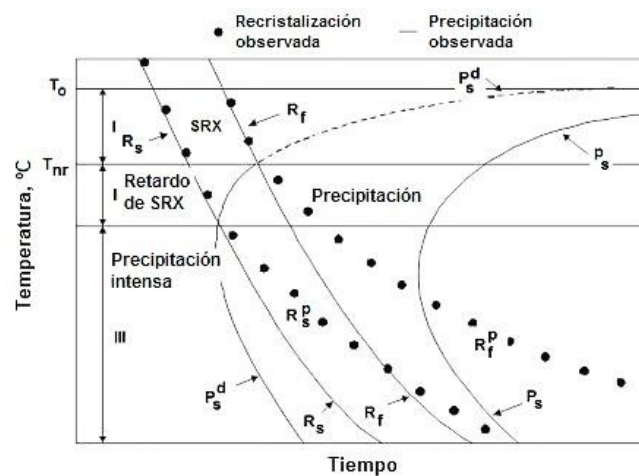


Figura 1.11: Diagrama Recrystalización – Precipitación – Tiempo – Temperatura (RPTT) [90].

Es conocido que las partículas precipitadas formadas por la adición de elementos microaleantes producen un efecto retardante sobre la cinética de la recrystalización estática, mecanismo similar al de inhibición del crecimiento de grano. También es necesario considerar el efecto retardador sobre la cinética de recrystalización de los elementos en solución sólida que pueden influir en las mismas condiciones de los precipitados. Aunque la razón del retraso es más compleja, es debido a mecanismos de arrastre de soluto [91,92]. Bajo condiciones dinámicas se observa un efecto de interacción con la precipitación parecida a la que ocurre en SRX, y esta depende a su vez de las condiciones de deformación.

El comportamiento de  $\varepsilon_p$  frente a la velocidad de deformación sin la influencia de elementos de microaleación se representa en la curva inferior de la figura 1.12. Se distingue que la deformación crítica necesaria para obtener recrystalización dinámica va disminuyendo a medida que la velocidad de deformación decrece, en condiciones isotérmicas y de similar tamaño de grano inicial [93].

Sin embargo, como consecuencia del efecto de elementos en solución sólida, la curva superior de esta figura sufre una traslación hacia valores de mayores deformaciones cuando la velocidad de deformación alcanza un máximo. Cuando además el elemento añadido es capaz de precipitar junto con la deformación concurrente, se produce un efecto adicional del retardo de la DRX. Por tal motivo son necesarias mayores deformaciones para alcanzar un estado de recrystalización.

Si la precipitación se completa, los precipitados tienden a crecer y por lo tanto a disminuir su efecto de anclaje sobre el movimiento de los límites de grano y por ello desaparece el incremento de la deformación necesaria a bajas velocidades de deformación, dando como resultado los escalones intermedios en la figura 1.12.

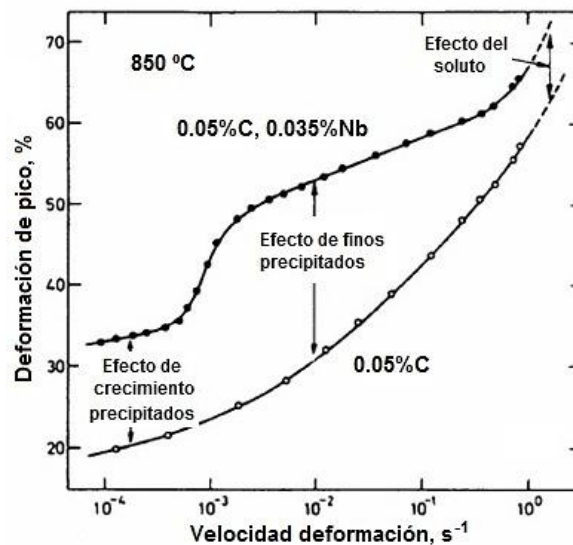


Figura 1.12: Efecto del soluto y los precipitados sobre la deformación necesaria para recrystalización dinámica [93].

Es importante destacar que en procesos industriales las velocidades de deformación manejadas superan con creces el valor de  $0.001 \text{ s}^{-1}$ . En estas condiciones de altas velocidades generalmente podrían actuar durante el conformado el efecto soluto y/o la precipitación de partículas pequeñas, y no de precipitados gruesos como el presentado en la figura 1.12, por lo que durante el proceso de recrystalización dinámica será posible conseguir una microestructura austenítica sumamente fina o deformada, sobre todo cuando actúan los precipitados durante el conformado.

### 1.2.7 Transformación de fase. Factores que influyen sobre el proceso de transformación.

Una de las características de la austenita es su habilidad para proporcionar sitios de nucleación de la ferrita durante la transformación posterior. Los principales sitios de nucleación son: los límites de grano, las bandas de deformación, precipitados y los límites de maclas coherentes. El acondicionamiento de la austenita durante la laminación en caliente consiste en generar y retener un número elevado de estos defectos cristalinos planares en la austenita.

Existen dos factores principales que intervienen en el proceso de transformación de fase: la velocidad de enfriamiento y el tamaño de grano austenítico de partida en la transformación. En dependencia de los regímenes de enfriamiento y el acondicionamiento de la austenita se logrará la microestructura deseada al final del proceso.

#### 1.2.7.1 Velocidad de enfriamiento.

La velocidad de enfriamiento es un factor que tiene una fuerte influencia en la microestructura final de los aceros. Al cambiar las condiciones del enfriamiento durante un enfriamiento continuo en un acero se pueden obtener diferentes productos de transformación, desde una ferrita de granos gruesos a una ferrita de granos significativamente refinados, o a la formación de ferrita acicular y/o bainita.

La velocidad de enfriamiento presenta también un fuerte efecto sobre la cinética de transformación de la austenita <sup>[94]</sup>. La transformación de la austenita es un proceso térmicamente activado, por lo tanto, el nuevo producto necesita tiempo para la nucleación y su posterior crecimiento. Incrementar la velocidad de enfriamiento trae consigo que el tiempo disponible para el inicio de transformación se reduzca y disminuya la temperatura de transformación. Como resultado, la transformación se desplaza a temperaturas más bajas.

Por otra parte, la disminución de la temperatura de transformación conduce a una mayor activación de los sitios de nucleación debido a la diferencia de energía libre de la austenita con la de formación de ferrita, que no está disponible a temperaturas más altas <sup>[94]</sup>. Por lo tanto, el resultado es una microestructura de ferrita más fina. Sin embargo, si las velocidades de enfriamiento son muy altas contribuye a la reducción de la difusión, por lo que nuevamente la velocidad de transformación disminuye.

Se ha demostrado <sup>[94-97]</sup> que el uso de un enfriamiento acelerado, conjuntamente con la microaleación con Nb, permite la explotación máxima de la estructura deformada en la austenita.

La presencia de Nb en forma de precipitado y de soluto, retarda perceptiblemente el proceso de restauración y/o de recrystalización.

De esta forma con la laminación controlada se puede aumentar los sitios para la nucleación de ferrita, conservando una gran cantidad de deformación en el acero en la región de no recrystalización de la austenita. Y conjuntamente con un enfriamiento acelerado se heredan estos sitios potenciales para la posterior nucleación de ferrita, permitiendo un pleno uso de ellos [94].

Se observa en la figura 1.13 la eficiencia del refinamiento a partir de una estructura deformada en comparación con una recrystalizada, ambas con un enfriamiento acelerado. *Patel y col.* [98] llegaron a concluir que una austenita altamente deformada, rica en sitios de nucleación de la ferrita, junto con un enfriamiento acelerado (hasta 15 °C/s) logra un eficiente refinamiento de la microestructura.

Si la velocidad de enfriamiento excede un nivel crítico y la temperatura de la transformación es baja, se puede producir ferrita acicular. El aumento de la velocidad de enfriamiento, así como un alto contenido de aleación promueve la transformación bainítica. Los aceros con esta microestructura alcanzan elevada resistencia ( $>700$  MPa), con una ductilidad y una dureza adecuada.

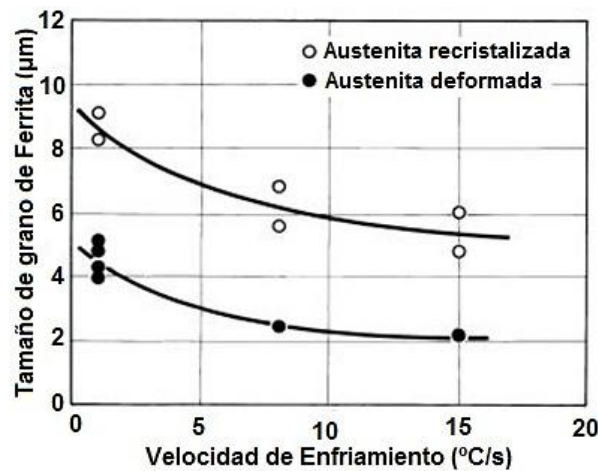


Figura 1.13: Efecto del procesamiento de la austenita y de la velocidad de enfriamiento en el tamaño de ferrita final [98].

#### 1.2.7.2 Microestructura austenítica de partida.

La forma de la microestructura de partida en los aceros justo antes de comenzar el proceso de transformación es otra de las variables que afectan la transformación de la austenita, ya que esta determina en gran medida el tamaño final de la microestructura. Existen dos factores a considerar en esta parte: el tamaño de grano austenítico y la cantidad de deformación retenida en el grano austenítico (grado de pancaking).

**I) Tamaño de grano austenítico.**

El tamaño de grano austenítico inicial tiene un efecto directo sobre la transformación a ferrita, en términos de proporcionar sitios para la nucleación heterogénea sobre los límites de grano. La disminución del tamaño de grano austenítico contribuye a incrementar los bordes de granos, permitiendo elevar el área por unidad de volumen ( $S_v$ ) y por lo tanto incrementa la probabilidad de nucleación de la ferrita. Como resultado, la transformación comienza a temperaturas más altas [94].

En la microestructura final se desarrollan granos de ferrita más finos, si se cumplen las siguientes condiciones: si existe un incremento de los sitios de nucleación, permite producir un mayor número de granos de ferrita. Y como segunda restricción, si el espaciado intergranular proporcionado por pequeños granos de austenita limita el crecimiento de la nueva fase, debido a la compresión entre los nuevos granos, esto ayuda a proporcionar un refinamiento significativo del grano.

Se observó en literatura [85] que con una disminución del tamaño de grano austenítico, la velocidad de transformación se incrementa por un aumento de la velocidad de nucleación, y en consecuencia promueve una baja velocidad de crecimiento.

**II) Cantidad de deformación retenida.**

La deformación en el acero a temperaturas por debajo de la de no recristalización  $T_{nr}$ , contribuye a la formación de granos de austenita alargados (pancaked). Como resultado, se produce un mayor número de sitios de nucleación para la nueva fase y el inicio de la transformación puede ocurrir a una temperatura más alta. El mayor número de sitios de nucleación es proporcionado por el cambio en el área de superficie del grano ( $S_v$ ) y una mayor activación de los sitios para la nucleación intergranular, tales como: bandas de deformación, subgranos y defectos localizados [99].

**1) El incremento del área interfacial efectiva ( $S_v$ ).**

*Dieter y col.* [48] definieron el parámetro  $S_v$  como área interfacial efectiva, el cual trata de cuantificar todos los defectos cristalinos planares que pudieran existir en un agregado policristalino. El parámetro  $S_v$  ( $mm^{-1}$ ), equivale a un área por unidad de volumen ( $mm^2/mm^3$ ) y sirve para cuantificar el número de sitios en austenita procesada termomecánicamente que pudiera servir de nucleación a la ferrita. Obtuvieron la correlación mostrada en la figura 1.14. Al aumentar la cantidad de deformación a una temperatura menor de la de no recristalización aumenta  $S_v$ , y con ello se incrementa la tasa de nucleación de la ferrita [48]. Por lo tanto desde el punto de vista de refinamiento de grano de ferrita, una austenita bien deformada es aquella que tiene un  $S_v$  grande.

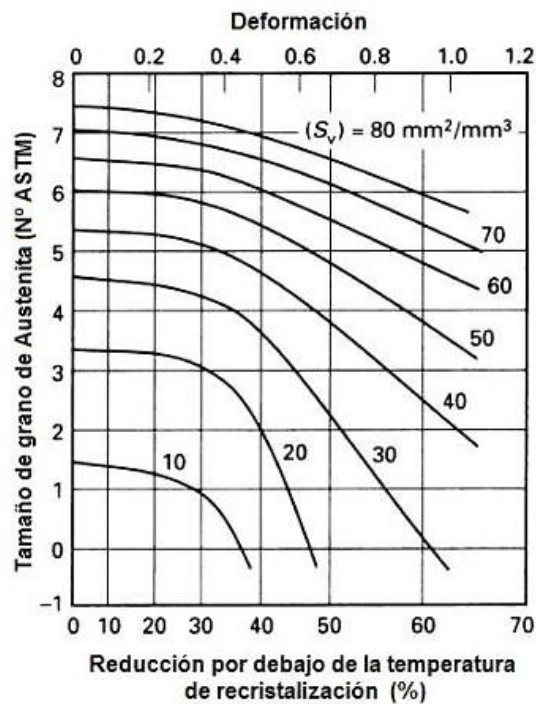


Figura 1.14: Variación del área interfacial efectiva con el porcentaje de laminación, a una temperatura inferior de la de recrystalización, para un acero con 0.03 % en peso de Nb [48].

Para obtener un mayor refinamiento del grano ferrítico es necesario lograr un alto  $S_v$  en la austenita antes de su transformación. Esto puede obtenerse durante la laminación en caliente mediante dos procedimientos [48]:

- a) Laminado por encima de la temperatura de no recrystalización de la austenita.

Si se lamina a temperaturas superiores a la de no recrystalización, entonces los granos de la austenita inicial, equiaxial y recrystalizada, son reemplazados por granos diferentes de los originales sobre todo en su tamaño pero igualmente equiaxiales. Dado que en los granos equiaxiales  $S_v = 3/D_A$ , donde  $D_A$  es el diámetro de los granos de austenita inicial, una reducción del tamaño de grano por laminación en caliente, producirá un aumento en el área de límites de grano y como consecuencia un aumento en  $S_v$ .

- b) Laminado por debajo de la temperatura de no recrystalización.

Si la laminación en caliente se realiza por debajo de la temperatura de no recrystalización, los granos de la austenita se alargan y, con una deformación suficientemente grande se elevan los defectos intergranulares, tales como bandas de deformación y maclas. En este caso, el valor de  $S_v$  final contiene dos conceptos: uno que corresponde al área por unidad de volumen de superficie del

límite de grano y otro que pertenece al área superficial de las bandas de deformación y maclas contenidas dentro de los granos alargados. El valor de  $S_V$  depende tanto de la aleación como del proceso, pero los parámetros más importantes son: el grado de deformación por debajo de la temperatura de no recrystalización y el tamaño de grano de la austenita antes de dicha deformación.

En la figura 1.15 se representa los tamaños de grano ferríticos obtenidos por los dos procedimientos antes descritos. Se puede apreciar que en general partiendo de una austenita deformada se logra un mayor refinamiento del grano en la transformación, resultado comparable con el obtenido para una austenita recrystalizada.

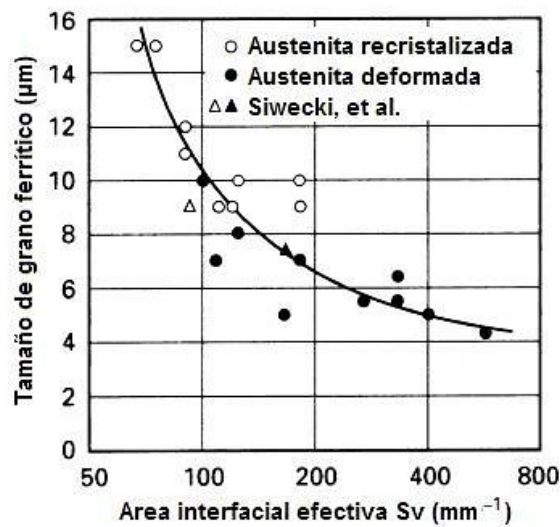


Figura 1.15: Tamaño de grano ferrítico producido a partir de austenita recrystalizada y sin recrystalizar a varios valores de  $S_V$  [48].

## 2) Aumento de la irregularidad del borde de grano.

Cuando el material es deformado en estado austenítico, los bordes de grano parten de ser lisos o planos y son convertidos en configuraciones irregulares, como una consecuencia de los mecanismos de deslizamiento que ocurren en el interior de los granos. Por este motivo se produce un mayor número de pequeñas regiones con alta energía de borde de grano. Estas regiones pueden actuar como sitios preferentes de nucleación de ferrita [100].

## 3) Formación adicional de sitios de nucleación.

Cuando la deformación es aplicada por debajo de la temperatura de no recrystalización, se producen bandas de deformación que actúan como centros de nucleación adicionales, y por lo tanto la densidad de sitios de nucleación por unidad de volumen se incrementa. *Petkov* [100]



distingue que la fracción media de nucleación dentro de los granos puede ser un 25 % del total de la fracción transformada. Asimismo, concluyó que la tasa de transformación se incrementa debido al aumento de la tasa de nucleación, tendiendo a decrecer la tasa de crecimiento.

### 1.3 Procesos termomecánicos avanzados.

Como es conocido, el control del proceso de termoconformado tiene como principal incentivo el afino de la microestructura, como única vía de mejorar simultáneamente las propiedades de resistencia y tenacidad. Para ello se introduce en la matriz metálica suficiente heterogeneidades microestructurales que actúen como lugares de nucleación preferentes durante posteriores transformaciones <sup>[89]</sup>.

*Cabrera* <sup>[89]</sup> distingue en su tesis doctoral que para producir tamaños de grano finales pequeños es necesario emplear uno o varios de los siguientes procedimientos:

- Reduciendo la temperatura de recalentamiento del material, tanto como sea posible, con el propósito de obtener un tamaño de grano inicial pequeño.
- Optimizando las secuencias de deformación intermedias para obtener un tamaño de grano pequeño mediante repetidas recrystalizaciones.
- Conformando por debajo de la temperatura de recrystalización, de manera que se incremente el área de tamaño de grano por unidad de volumen por el alargamiento de los granos y las bandas de deformación.

En la actualidad muchos de los procesos que se emplean para producir aceros de grano ultrafino son los llamados procesamientos termomecánicos avanzados, que esencialmente implica la modificación a los procesos convencionales de termoconformado. Los ATP son procesos aplicables industrialmente, que se pueden optimizar para funcionar en los regímenes de temperatura donde se emplea con beneficio la transformación de fase y el enfriamiento controlado <sup>[9]</sup>.

Se observa en literatura que los procesamientos termomecánicos avanzados persiguen diferentes estrategias para producir granos ultrafinos de ferrita, como por ejemplo, controlar la recrystalización dinámica de la austenita durante la deformación en caliente con la posterior transformación de austenita a ferrita <sup>[9-19]</sup>, la transformación de la ferrita inducida por deformación (transformación después o durante la deformación) <sup>[17-31]</sup>, laminado en caliente en la región intercrítica (región bifásica de austenita y ferrita) <sup>[32,33]</sup>, laminado en caliente en la región de la ferrita que implica

básicamente la restauración de la ferrita durante la deformación en caliente [34–40], o por medio del laminado y un posterior recocido de una microestructura de comienzo martensítica [41–46].

Para poder diseñar correctamente estos procesos es necesario un estricto conocimiento de las características tecnológicas del equipo de conformado. Luego, mediante la adaptación de la composición química con el conocimiento previo del comportamiento de los fenómenos metalúrgicos, tales como: la recrystalización dinámica y/o estática, precipitación, transformación de fase y acción conjunta, así como de la influencia de las variables del proceso (velocidad de deformación, deformación, temperatura, tiempos entre deformaciones y velocidad de enfriamiento), es posible seleccionar que sistema de control es conveniente emplear en función del producto a obtener (chapa, perfil, barra corrugada, entre otros).

### 1.3.1 Recrystalización de la austenita durante la deformación en caliente.

Enfatiza *Etou y col.* [13] que un mecanismo importante empleado para el refinamiento de grano en aceros es la recrystalización de la austenita durante la deformación en caliente, y dentro de estos el más efectivo es el *laminado controlado por la recrystalización dinámica* (Dynamic Recrystallization Controlled Rolling, DRCR) [14,15]. Esta técnica se ha empleado para producir tamaños de grano de ferrita entre 2 – 5  $\mu\text{m}$ , vía laminado controlado – recrystalización, o por el laminado convencional seguido de un enfriamiento rápido [13].

La DRCCR tuvo como antecesor la *laminación controlada por la recrystalización* (Recrystallization Controlled Rolling, RCR), con la particularidad de que aquí la estructura es afinada por sucesivos ciclos de recrystalización estática (básicamente) en la región austenítica [15], dando suficiente tiempo entre las deformaciones intermedias, brindando la posibilidad de refinar desde 200 a 40  $\mu\text{m}$  (figura 1.16). Para que este proceso se efectúe, es necesario comenzar la laminación a altas temperaturas, en el intervalo 1100 – 1250 °C, obteniendo inevitablemente un tamaño de grano austenítico relativamente basto y por ende uno ferrítico también grueso al final del proceso, afectando con ello las propiedades de resistencia y tenacidad [14].

Este proceso originalmente se diseñó para producir la forma exterior de la pieza deseada en un menor tiempo posible, sin tener en cuenta las propiedades mecánicas resultantes [14]. Luego de laminar, el acero con frecuencia es enfriado mediante aire, aunque algunas fábricas emplean agua pulverizada para el enfriamiento de los productos de laminación.

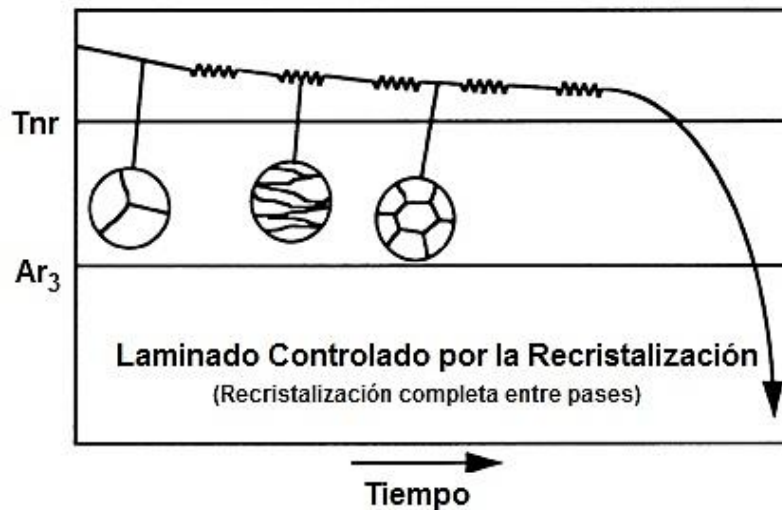


Figura 1.16: Laminado controlado por la recrystalización, *Siciliano y Jonas* <sup>[15]</sup>.

Posteriormente surge el proceso de *laminación controlada convencional* (Conventional Controlled Rolling, CCR) <sup>[15]</sup>, con el descubrimiento de que la microaleación con Nb, V y Ti influye en la microestructura y propiedades finales de los aceros. En este proceso de laminado la mayor deformación se realiza por debajo de la temperatura de no recrystalización ( $T_{nr}$ ), produciendo estructuras deformadas (pancake) y no recrystalizadas, aumentando apreciablemente los núcleos potenciales para la posterior recrystalización estática y/o metadinámica, o bien para la propia transformación de austenita a ferrita (figura 1.17). Este proceso se caracteriza por recalentar al material sobre los 1200 °C para disolver completamente los precipitados, permitiendo que precipiten homogéneamente en la matriz cuando se está deformando el acero.

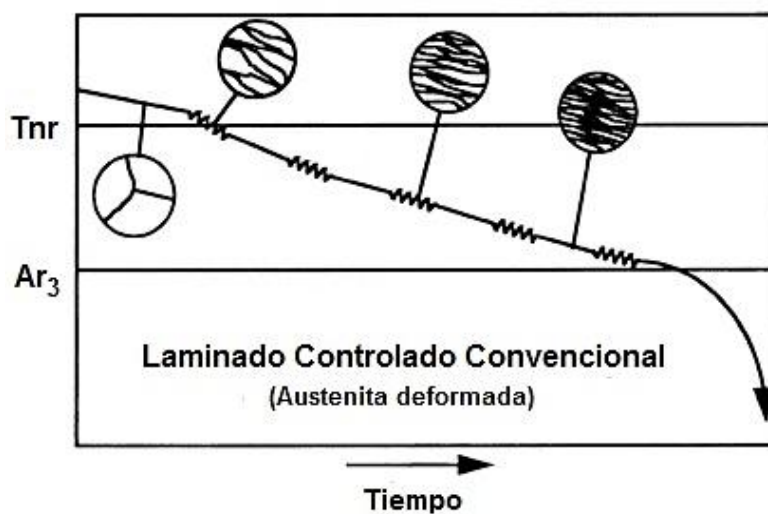


Figura 1.17: Laminado controlado convencional, *Siciliano y Jonas* <sup>[15]</sup>.

El laminado controlado convencional se ha efectuado en muchas operaciones comerciales a través de la microadición del Nb que aumenta la temperatura de no recrystalización sobre los 1000 °C, garantizando que la deformación en los primeros pasos sea aplicada por debajo de la temperatura de no recrystalización <sup>[15]</sup>.

Este proceso consta de tres etapas básicas <sup>[15]</sup>: la primera consiste en la refinación progresiva del grano austenítico mediante repetidos ciclos de deformación y recrystalización, que si se dejara transformar a ferrita, traería como resultado una estructura relativamente basta. La deformación de la segunda etapa se lleva a cabo en condiciones en las que la recrystalización se suprime, por debajo de la temperatura de no recrystalización ( $T_{nr}$ ). Los granos de austenita acumulan la deformación y se generan bandas de deformación que permiten acelerar la tasa de nucleación de ferrita y con ello, se puede reducir sensiblemente el tamaño de grano de ferrita.

La tercera etapa se efectúa en el intervalo intercrítico, por lo cual la deformación en la austenita se incrementa, al tiempo que la ferrita se deforma. La práctica operativa de la laminación controlada consiste en una mayor reducción del espesor en la región de fácil recrystalización, seguido de un tiempo de espera hasta alcanzar  $T_{nr}$ . Con ello se consigue reducir el espesor del material y acumular una deformación entre un 70 al 80 %, hasta temperaturas en el rango de 950 – 750 °C, permitiendo obtener tamaños de granos sobre las 5  $\mu m$  <sup>[14]</sup>.

Siciliano y Jonas <sup>[15]</sup> comentan que la *laminación controlada por recrystalización dinámica* (DRCR) consiste en inducir la recrystalización dinámica (DRX) en uno o más pases durante el laminado. Esto se puede lograr aplicando una elevada deformación al material o por una acumulación de la deformación después de varios ciclos. En ambos métodos la deformación tiene que superar la deformación crítica para iniciar la DRX <sup>[14,15]</sup>. Algunos de los beneficios que se pueden involucrar con este enfoque, es el elevado refinamiento del grano causado por la DRX cuando se emplea en el proceso una alta deformación y velocidad de deformación <sup>[15]</sup>.

Este proceso ocurre cuando los tiempos entre deformación son muy cortos, del orden de los milisegundos (evitando que ocurra la recrystalización estática, SRX). Se busca obtener estructuras de recrystalización dinámica con las que se produzca un grano más pequeño, así como una disminución de las fuerzas y potencias involucradas. Este sistema de deformación va acumulando deformación entre pasadas hasta obtener una deformación necesaria para que ocurra la recrystalización dinámica en los últimos pases de laminación. En este caso y si los tiempos entre pases no son suficientemente cortos son muy importantes los efectos post – dinámicos, y se llega a hablar entonces de laminación controlada por *recrystalización metadinámica* (LCRMD). Un esquema general de este proceso se muestra en la figura 1.18.

En el laminado controlado por la recrystalización dinámica, los precipitados restringen el crecimiento del grano de la austenita después de la deformación. En esta forma de laminado es necesario un enfriamiento acelerado y el empleo de microaleaciones para refinar eficazmente el tamaño de grano <sup>[16]</sup>. El enfriamiento rápido se emplea para aumentar el grado de subenfriamiento en la zona de transformación, con el objetivo de disminuir la temperatura de final de transformación. En principio, una temperatura de transformación más baja da lugar a una mayor tasa de nucleación de la ferrita debido a un enfriamiento más rápido, y por ende a un crecimiento de grano lento <sup>[15]</sup>.

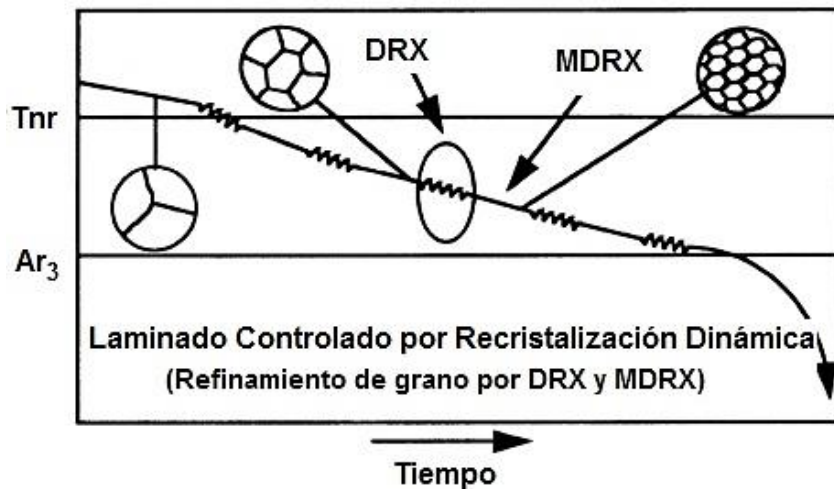


Figura 1.18: Laminado controlado por la recrystalización dinámica, *Siciliano y Jonas* <sup>[15]</sup>.

El refinamiento progresivo de la austenita se puede alcanzar mediante repetidas recrystalizaciones dinámicas, aplicando elevadas deformaciones a temperaturas superiores a la de no recrystalización, para luego trabajar por debajo de esta temperatura y conseguir una estructura sumamente deformada que permita mayores lugares de nucleación de la ferrita durante la transformación. En el trabajo efectuado por *Eto y col.* <sup>[13]</sup> analizando un acero microaleado al Al (0.15C–0.74Mn–0.01Si–0.022Al, % en peso), y con un estricto control de la deformación en caliente (con deformación equivalente de 2.4) en un tiempo interpase muy pequeño de 0.17 s, obtuvieron un tamaño de grano ferrítico de 1  $\mu\text{m}$ . La temperatura a la cual fue efectuada la última deformación se encontraba próxima a la de transformación de austenita a ferrita.

Refiere *Priestner* <sup>[101]</sup> que en aceros microaleados con poco carbono, los tamaños de grano de la ferrita y los niveles de la precipitación son los factores más importantes que influyen en la relación resistencia – dureza. El tamaño de grano de la ferrita depende del tamaño de grano de la austenita después de la recrystalización de la austenita, de la cantidad de deformación retenida en la austenita antes del comienzo de la transformación, así como de la velocidad de enfriamiento en el rango de temperatura de transformación <sup>[101]</sup>.

*Priestner y col.* <sup>[101]</sup> obtuvieron en su estudio un tamaño de grano de austenita dinámicamente recristalizada menor a  $1\ \mu\text{m}$  en la superficie y de  $1.5\ \mu\text{m}$  en la parte central de las muestras analizadas. Estos tamaños de grano promedios de ferrita inferiores a  $1\ \mu\text{m}$  fueron alcanzados en la zona superficial de una chapa de  $2 - 3\ \text{mm}$ , empleando un enfriamiento acelerado al final del laminado de  $8\ ^\circ\text{C/s}$ . En principio, esta laminación fue realizada a deformaciones equivalentes entre  $0.5 - 1.0$  y temperatura de  $850\ ^\circ\text{C}$  <sup>[101]</sup>. Demostraron que se obtiene una austenita recristalizada mediante la técnica experimental de difracción de electrones retrodispersados (EBSD), y observaron que la mayor parte de los límites de grano presentaban desorientaciones mayores a  $15^\circ$  <sup>[101]</sup>.

### 1.3.2 Transformación de la ferrita inducida por la deformación.

Según *Yang* <sup>[17]</sup> el mecanismo llamado *transformación de la ferrita inducida por la deformación* (Deformation Induced Ferrite Transformation, DIFT) es un procesamiento muy eficaz para reducir el tamaño de grano. Es el método más eficiente de refinamiento de grano para aceros de bajo contenido de carbono sin elementos microaleantes, en el cual la velocidad de crecimiento de los granos durante el proceso de laminado no es influenciado por un proceso termomecánico controlado. Esta clase de transformación posee dos características comunes que se deben de tener presente a la hora del procesamiento. Primero, una parte de la transformación de austenita a ferrita ocurre durante la deformación y el resto en el proceso de enfriamiento, después de la deformación. Y como segunda característica y la más importante, que el grano ultrafino de ferrita es obtenido durante la transformación de fase.

*Yang* <sup>[17]</sup> enmarcó su estudio en obtener la tecnología de procesamiento y el mecanismo de formación de una microestructura muy fina en productos de gran longitud (barras corrugadas de  $\varnothing 12$  y  $20\ \text{m}$ ). Obtuvo tamaños de ferrita y perlita entre  $4 - 5\ \mu\text{m}$  empleando la transformación de la ferrita inducida por la deformación, mediante laminación en un rango de temperatura entre los  $950$  a  $800\ ^\circ\text{C}$ , aplicándolo a un acero de bajo carbono ( $0.18\text{C}$ ,  $0.22\text{Si}$ ,  $0.60\text{Mn}$ ,  $0.02\text{P}$ ,  $0.017\ \text{S}$ , % en peso).

El DIFT es un procedimiento simple de laminación que aprovecha el fenómeno de la transformación inducida por deformación de la fase austenítica a la ferrítica, y ha sido empleado por varios autores <sup>[17-31]</sup> para proporcionar un refinamiento de grano significativo. En este proceso, el material se recalienta para obtener una microestructura austenítica homogénea y generalmente se lamina en un sólo paso (reducción mínima del  $30\ \%$ ), por encima de  $A_{r3}$  (temperatura de transformación en el enfriamiento de la austenita a ferrita), pero por debajo de  $A_{e3}$  (temperatura de transformación de equilibrio de la austenita a ferrita).

*Matsumura y Yada* <sup>[26]</sup> obtuvieron granos ultrafinos entre 2 – 5  $\mu\text{m}$  en tres aceros al C–Mn con pequeñas microadiciones de Al, con deformación equivalente de 2.8 y por encima de la temperatura  $A_{r3}$ .

Los tres factores principales que promueven la formación de granos ultrafinos de ferrita durante una transformación inducida por deformación son: una elevada deformación, rápida velocidad de enfriamiento y una temperatura apropiada de deformación (entre  $A_{r3}$  y  $A_{e3}$ ) <sup>[26]</sup>. Los trabajos demuestran <sup>[17–31]</sup> que la transformación se encuentra inducida por el aumento de la energía libre de la austenita y la densidad de sitios generada por la deformación aplicada. La deformación y la velocidad de deformación son los parámetros que más influencia presentan sobre el aumento de la densidad de sitios de nucleación, aunque no es de descartar que también influya la temperatura.

*Hodgson y col.* <sup>[27]</sup> aplicaron la transformación inducida por la deformación en el laminado de una chapa de acero con bajo carbono (0.06C–0.59Mn, % en peso). Partieron de un espesor igual a 2 mm, siendo reducido éste después de una pasada hasta 1.4 mm. La temperatura del material a la salida del laminador se encontró entre los 680 y 710 °C. Estos investigadores obtuvieron granos ultrafinos de ferrita equiaxiales iguales a 1  $\mu\text{m}$  en la región superficial, existiendo una heterogeneidad de la microestructura en todo el espesor. La microestructura consistió en granos de ferrita ultrafinos en la superficie de la chapa, siendo ubicadas entre la cuarta y la tercera parte del espesor, mientras que en la parte central pasó a ser una ferrita y perlita más gruesa, en el rango de 5 – 10  $\mu\text{m}$ .

Por otra parte, *Choi y col.* <sup>[28]</sup> en un acero al C–Mn, con similar composición química obtuvieron un tamaño de grano ferrítico promedio de 2  $\mu\text{m}$ , procesando en un rango de temperatura entre  $A_{e3}$  y  $A_{e1}$ . Al igual *Hickson y col.* <sup>[29]</sup> produjeron granos de 1  $\mu\text{m}$  realizando ensayos de torsión en caliente con aceros al C–Mn.

Este es uno de los mecanismos más adecuados para obtener granos ultrafinos en aceros sin elementos microaleantes, aunque existen estudios referentes a procesamientos en aceros microaleados. Uno de los ejemplos concretos es el mostrado en la figura 1.19. Esta representa el ciclo de deformación llevado a cabo por *Dong y Sun* <sup>[31]</sup>. Estos autores analizaron un acero microaleado al Nb–V de bajo contenido de carbono, con la siguiente composición (0.094C–1.38Mn–0.47Si–0.1V–0.04Nb–0.02Al–0.018N, % en peso). Alcanzaron después del proceso una ferrita ultrafina como valor promedio igual a 1.5  $\mu\text{m}$ . Este tamaño de grano es mucho menor que el obtenido por los procesos convencionales, donde se logran granos mayores a 5  $\mu\text{m}$ .

Otras investigaciones, encabezadas por *Hurley y Hodgson* <sup>[102]</sup> referentes a este tipo de proceso demostraron que un tamaño de grano muy fino de ferrita se puede obtener a partir de un acero que

tiene un tamaño de grano austenítico grande. Este resultado difiere al obtenido en otros trabajos [11,14], en donde los tamaños de granos finos de austenita condicionan a obtener después de la transformación granos finos de ferrita. La nucleación intergranular de la ferrita puede ser un factor importante que contribuye a un refinamiento adicional del grano, efecto observado cuando ocurre una transformación dinámica inducida por la deformación. Ésta es animada por los grandes tamaños de grano de la austenita y el enfriamiento acelerado, que suprimen la formación de la ferrita proeutectoide en el límite de grano [102].

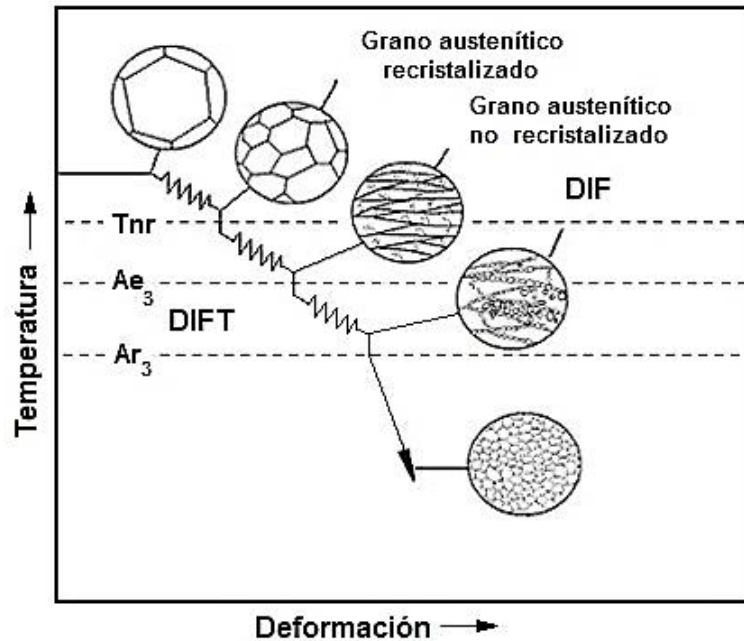


Figura 1.19: Esquema simplificado del fenómeno de transformación de la ferrita inducida por la deformación, según *Dong y Sun* [31].

La transformación inducida por la deformación producida durante el laminado es atractiva en términos de su simplicidad y capacidad de refinar el grano de ferrita en los aceros de bajo carbono, según comentan *Hong* [30], *Hurley* [102,103] y *Hickson* [104]. Un sólo paso de laminado puede inducir a un refinamiento de grano muy eficiente, produciendo granos muy finos de ferrita equiaxial menores de  $2\ \mu\text{m}$  [30]. La reducción en el laminado requerida para obtener una ferrita ultrafina deberá ser como mínimo, entre un 30 – 60 %.



### 1.3.3 Laminado en caliente intercrítico.

Algunos autores, como *Basuki* [32] y *Brzuszek y col.* [33] obtuvieron granos ultrafinos de la ferrita en aceros al C-Mn mediante el proceso de *laminado en caliente intercrítico* (Intercritical Hot Rolling, IHR), es decir en la región bifásica de austenita con la ferrita. Ellos atribuyen este refinamiento de grano a la transformación dinámica de la austenita en ferrita. La nucleación de la ferrita en los límites de grano de la austenita durante la transformación dinámica, se consideró como el fenómeno que desempeña un papel esencial en la formación de granos ultrafinos de ferrita [32].

Esta técnica para la fabricación de aceros UFG implica la deformación del acero en el intervalo intercrítico, entre  $A_{r3}$  y  $A_{r1}$ . El tamaño conseguido entre 2 – 3  $\mu\text{m}$  se atribuye a la transformación de un volumen significativo de austenita a ferrita, a partir del fuerte incremento en la tasa de nucleación promovida por la deformación [32]. En la figura 1.20 se representa el ciclo termo-mecánico llevado a cabo por *Basuki* [32] en su investigación. Sin embargo, se debe de tener en cuenta que esta tecnología de laminación controlada seguida de un enfriamiento acelerado, conlleva a estados similares a los propuestos por el proceso anteriormente explicado (DIFT), en los últimos pases de laminación [34].

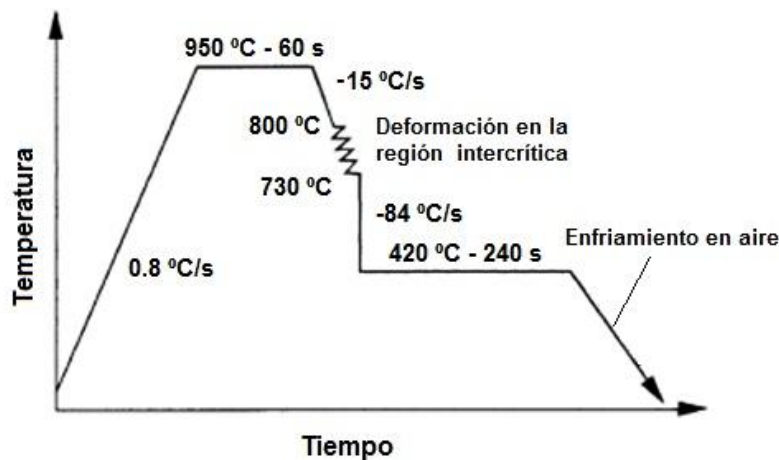


Figura 1.20: Esquema simplificado de un laminado intercrítico [32].

Pequeños granos de ferrita, entre 1 – 2  $\mu\text{m}$  fueron obtenidos por *Hurley y col.* [105] al final del proceso. La formación de esta microestructura fue atribuida al fenómeno de restauración que ocurre en la ferrita deformada. Para poder obtener una ferrita ultrafina homogénea por el laminado intercrítico, es muy importante el balance de la transformación dinámica de la austenita a la ferrita y la restauración dinámica de la ferrita. Estas características junto con el control cuidadoso de los parámetros del proceso, incluyendo la composición química, los tiempos entre deformaciones, velocidad de deformación, temperatura de deformación y la velocidad de enfriamiento, permitirán

al final del proceso obtener la microestructura deseada. Por ejemplo, los aceros con poco contenido de carbono tienen un régimen intercrítico relativamente pequeño y la recrystalización de la ferrita deformada puede comenzar rápidamente, pero se termina cuando se realiza un enfriamiento rápido.

Otros de los ejemplos consultados en bibliografía, es la microestructura alcanzada por *Hong y col.* <sup>[106]</sup> en dos aceros microaleados al Nb–V, con valor promedio de 2  $\mu\text{m}$ . Este procesamiento consistió en aplicar una elevada deformación, del 80 %, en la región bifásica de la austenita y la ferrita, seguida de un enfriamiento acelerado.

En cambio, *Bodin y col.* <sup>[107]</sup> reportaron una distribución bimodal de grano obtenida por una laminación en caliente en la región bifásica de un acero con bajo carbono. Se obtuvieron granos de ferrita mayores a 6  $\mu\text{m}$  y observaron que la distribución bimodal se puede atribuir al crecimiento de la ferrita transformada en relación a la ferrita deformada. La ferrita transformada es obtenida de la austenita que fue deformada durante el laminado intercrítico, mientras que la ferrita deformada fue la transformada de la austenita antes del laminado intercrítico.

#### 1.3.4 Recrystalización dinámica de la ferrita durante la deformación en caliente.

Puesto que el trabajo en caliente implica un alto costo de energía térmica, ha existido una tendencia de desarrollar procesos a temperaturas más bajas <sup>[9]</sup>. Mediante la deformación en caliente en la región ferrítica se puede refinar aún más la microestructura del acero, empleando la recrystalización dinámica continua de la ferrita. Es posible refinar aceros de muy bajo contenido de C, a tamaños menores a los conseguidos después de la transformación de fase. Se ha considerado durante mucho tiempo que la recuperación es el proceso de ablandamiento principal que ocurre durante la deformación en caliente en el estado ferrítico y que no ocurre la recrystalización dinámica <sup>[9]</sup>, aunque otros autores comprobaron que esta última llega a intervenir <sup>[34–36]</sup>. El primer comportamiento se atribuye al hecho de que la ferrita con estructura BCC presenta una alta energía de falla de apilamiento, que da lugar a una recuperación rápida y a una escasa acumulación de energía en forma de deformación como para poder promover la recrystalización dinámica <sup>[9]</sup>. Sin embargo, en aceros con muy bajo porcentaje de C, el comportamiento puede ser muy diferente.

La ocurrencia de la recrystalización dinámica de la ferrita ha sido confirmada por diversos investigadores <sup>[34–36]</sup>. Por ejemplo, *Murty y col.* <sup>[36]</sup> en el estudio realizado confirmó que ocurre la recrystalización dinámica de la ferrita en un acero de muy bajo carbono (0.0016C–0.1Si–0.3Mn, % en peso). Estos autores emplearon la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

para caracterizar las relaciones cristalográficas a través de límites de grano. Fue empleada esta técnica porque la ferrita deformada en caliente generalmente contiene una estructura de subgranos, que mediante micrografía óptica estándar es posible cometer el error de considerar como granos recrystalizados a los subgranos.

En este estudio demuestran que la mayor parte de los granos equiaxiales de ferrita presentaron *límites de grano de ángulo alto* (HAGBs), con desorientación  $\geq 15^\circ$ , claro indicativo de que el material ha recrystalizado. Mientras que el resto presentó límites de grano de ángulo bajo, con desorientación  $< 15^\circ$ .

Otro de los casos, mediante la deformación en caliente de un acero libre intersticial (IF) en la región de la ferrita fue desarrollado por *Najafi-Zadeh y col.* [34] para producir una ferrita ultrafina con un tamaño de grano de  $1.3 \mu\text{m}$ . En este estudio se considera que la recrystalización dinámica de la ferrita desempeña un papel principal en la formación de ferrita ultrafina. Una barrera dominante a la ocurrencia de la recrystalización dinámica de la ferrita, se sugiere que sea la presencia de elementos intersticiales tales como C y N. La eliminación de estos elementos de la matriz reduce la posibilidad de que ocurra la precipitación inducida por deformación que inhibe la recrystalización dinámica, posibilitando que aumente la probabilidad de que ocurra la recrystalización dinámica de la ferrita [35].

No obstante muchos autores consideran que no ocurre un verdadero proceso de DRX, de nucleación y crecimiento, sino que se genera una cada vez más fina subestructura, que al recibir más deformación puede llegar a hacer rotar los subgranos, convirtiéndose en verdaderos nuevos granos (con alta desorientación). A esta recrystalización, sin nucleación ni crecimiento se le ha venido a denominar DRX continua.

### 1.3.5 Restauración de la ferrita durante la deformación en caliente y posterior recocido.

Recientemente *Song y col.* [37–40] reportaron la obtención de ferrita ultrafina (de  $1.3 \mu\text{m}$  como valor promedio), mediante la restauración de la ferrita durante la deformación en caliente, con un posterior recocido. Comparado con los estudios anteriores en aceros con granos ultrafinos de poco carbono, *Song y col.* [37–40] investigaron aceros de mayor C y cierto incremento del Mn en un esfuerzo de elevar el nivel de resistencia a través del ultra-refinamiento.

En sus estudios, establecieron que el acero con grano ultrafino de ferrita y partículas de cementita esferoidales distribuidas homogéneamente fueron producidos mediante una deformación acumulada de 1.6 (desglosadas en cuatro deformaciones sucesivas de 0.4 y un tiempo interpase de 0.5 s). La temperatura de deformación manejada fue de  $550^\circ\text{C}$ , seguido de recocido (figura

1.21). En cuanto a la microestructura, podemos decir que consistió en pequeñas partículas de cementita esferoidales embebidas en ferrita ultrafina homogénea. Esta microestructura fue lograda después de un tratamiento de recocido de 2 horas a la temperatura brindada anteriormente.

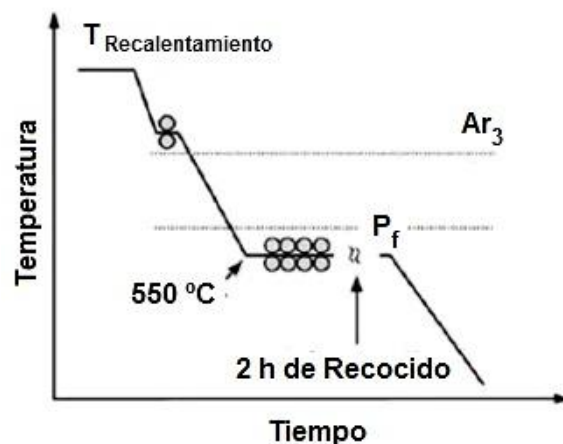


Figura 1.21: Ciclo de procesamiento empleado para obtener estructura ultrafina, según Song<sup>[37]</sup>.

Song y col.<sup>[40]</sup> llegaron a observar que aumentando el contenido de Mn desde 0.74 a 1.52 (% en peso) el promedio de tamaño de grano ferrítico disminuye desde 1.3 a 0.8  $\mu\text{m}$ . Este hecho se atribuye al enriquecimiento de Mn en la cementita, que son más pequeñas mientras mayor es el contenido de Mn. Estas partículas muy pequeñas dispersas en la matriz de ferrita pueden ejercer un fuerte efecto inmovilizador y/o retardante del ablandamiento de la ferrita, e incluso sobre ciertas dislocaciones individuales<sup>[40]</sup>. Una restauración en vez de la recristalización estática fue requerida para obtener una alta fracción de HAGBs.

### 1.3.6 Laminado en frío y recocido de acero martensítico.

Varios investigadores han desarrollado otra ruta para fabricar acero de grano ultrafino a partir de uno martensítico. Ueji y col.<sup>[41–43]</sup> idearon un procedimiento que consiste en el laminado en frío de un acero con la siguiente composición química (0.13C–0.37Mn, % en peso), partiendo de una chapa muy fina (2 mm de espesor) con microestructura martensítica. El proceso de deformación fue iniciado aplicando una elevada reducción del 50 % y un posterior recocido entre los 500 – 600 °C. La microestructura final obtenida consistió en granos ultrafinos de ferrita equiaxial (sobre los 180 nm), martensita y partículas precipitadas uniformemente en la matriz<sup>[42]</sup>.

Destacan que la presencia de martensita fina como microestructura inicial influye en la obtención de los granos ultrafinos. El nivel de ultra-refinamiento fue incrementado por el efecto de la elevada deformación plástica aplicada, lo que favoreció la subdivisión de los granos<sup>[41–43]</sup>. El incremento de deformación durante el laminado en frío produjo una alta densidad de dislocaciones, que unido a

una elevada concentración de carbono en la martensita facilitó la subdivisión de los granos, provocando una deformación no homogénea <sup>[41,42]</sup>.

*Lan y col.* <sup>[44]</sup> bajo similares condiciones de conformado que *Ueji y col.* <sup>[41–43]</sup> estudiaron el mismo procedimiento de laminado en dos aceros, uno con (0.17C–1.58Mn–2.31Si, % en peso) y el segundo microaleado (0.16C–1.75Mn–1.76Si–0.05Nb–0.065Ti–0.095V, % en peso). En los dos casos, se obtuvo una ferrita ultrafina de 1.6  $\mu\text{m}$  después de un recocido por 60 *min*, variando la temperatura entre los 500 y 600 °C, aunque fue obtenido un menor tamaño de grano en el acero microaleado a consecuencia de los finos precipitados que retardan su crecimiento.

Por otra parte *Okitsu y col.* <sup>[45]</sup> emplearon en su investigación una mayor reducción del espesor de la chapa (sobre el 91 %) y un tratamiento entre 620 – 700 °C. La ferrita ultrafina contenía partículas finas de cementita homogéneamente distribuida, variando la microestructura desde 0.49 a 1  $\mu\text{m}$  con el incremento de la temperatura de recocido en este mismo orden.

El recocido del acero en el intervalo intercrítico, ya sea en forma continua o posterior al proceso de laminado, permite obtener una estructura bifásica de ferrita y martensita de tamaño inferior a las 2  $\mu\text{m}$  <sup>[46]</sup>. El acero se procesa en condiciones de laminado en frío siguiendo ciclos de tiempo y temperatura bien controlados. Estos aceros contienen alrededor de 0.1 % de carbono y requiere de adiciones de Mn y Si en cantidades inferiores al 2 y 1 % respectivamente, así como de adiciones de Mo y Cr inferiores al 0.5 %. La adición de estos elementos aleantes permite el retraso de la transformación de la austenita enriquecida con carbono.

La martensita fina inicial es importante para la subdivisión del grano durante la laminación, debido a la alta densidad de dislocaciones presentes y la gran cantidad de átomos de carbono en soluto que tiene la martensita. Un acero con grano ultrafino multifásico, consistiendo en ferrita ultrafina, cementita dispersa y martensita, manifestaron una buena combinación de alta resistencia y de ductilidad.

## 1.4 Propiedades alcanzadas en los aceros con grano ultrafino.

### 1.4.1 Efecto en la tensión de fluencia.

Algunos ejemplos de la tensión de fluencia obtenidos para los aceros procesados por métodos termomecánicos se observan en figura 1.22, en función del inverso de la raíz cuadrada del tamaño de grano. Las microestructuras ultrafinas menores de  $2\ \mu\text{m}$  fueron obtenidas por varias técnicas; los símbolos representados en gris y rojo representan los resultados de las rutas de procesamiento termomecánicos avanzados, mientras que la simbología negra pertenece a la ruta convencional. La relación entre el límite elástico y el tamaño de grano de los aceros queda definida por la ecuación de Hall – Petch anteriormente explicada.

Las tensiones de fluencia más bajas fueron obtenidas en un acero con una composición de (0.13C–0.67Mn–0.14Si, % en peso), la cual fue procesada por un laminado en frío con un posterior recocido (ruta convencional) <sup>[109]</sup>. Estos valores son mostrados por el rombo negro en la figura 1.22, donde el tamaño de grano varió entre 1.6 a  $30\ \mu\text{m}$ , llegándose a obtener con los valores más pequeños de grano una tensión máxima de  $560\ \text{MPa}$ , una tensión de fricción  $\sigma_i$  igual a  $100\ \text{MPa}$  y como resistencia del límite grano  $k_y$  de  $551\ \text{MPa}\ \mu\text{m}^{1/2}$ , según el trabajo efectuado por Morrison <sup>[109]</sup>.

Mediante procesamiento termomecánicos avanzados <sup>[39,108]</sup> se logran valores de tensión de fluencia mayores que los referenciados por un procesamiento convencional, llegando a obtener con granos iguales a  $0.25\ \mu\text{m}$  una tensión de fluencia aproximada de  $760\ \text{MPa}$ , valor que supera en  $200\ \text{MPa}$  al recogido por la ruta convencional.

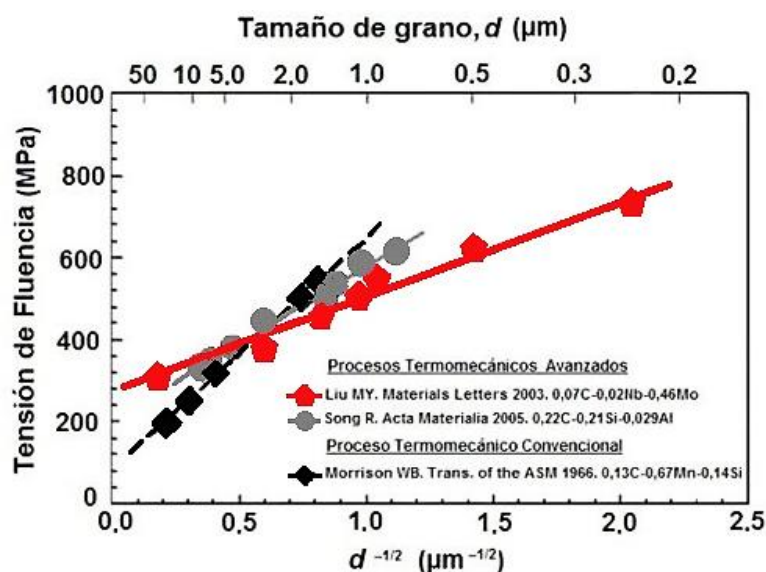


Figura 1.22: Relación de Hall – Petch en los aceros con grano ultrafino, según <sup>[39,108,109]</sup>.

### 1.4.2 Efecto en la ductilidad.

Aunque varios autores [39,40,42,109,110–113] han reportado las buenas características de la tensión de fluencia a temperatura ambiente conseguida con aceros de grano ultrafino, muchos de los materiales investigados no exhiben una cantidad significativa de endurecimiento por deformación. Para muchos aceros con granos ultrafinos, la deformación total es del orden de la unidad comparado con los de los aceros convencionales con similar contenido de aleación, que es de 0.7.

El grado de deformación no es alto en aceros con grano ultrafinos. Sin embargo, según el estudio realizado por *Song y col.* [39], una buena ductilidad se puede obtener en aceros de 0.2C % en peso, reflejando un alargamiento total cerca del 20 % y uno uniforme del 10 % para un tamaño de grano igual a  $1.3 \mu\text{m}$  (figura 1.23). Estos valores difieren de los resultados divulgados en estudio anterior [42], donde los alargamientos totales generalmente son inferiores al 20 %.

La alta ductilidad observada por *Song y col.* [39] fue atribuida a la presencia de partículas de cementita finamente dispersa que aumentan el grado de endurecimiento por deformación. Una gran fracción y fina dispersión de cementita aumenta con eficiencia el grado de endurecimiento por deformación, promoviendo la acumulación de dislocaciones alrededor de estas partículas [37,38].

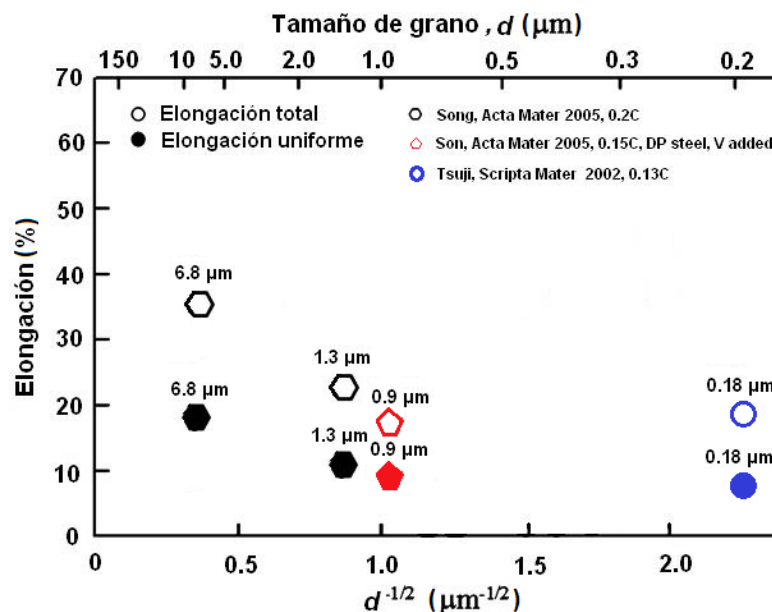


Figura 1.23: Dependencia de la ductilidad con el tamaño de grano en aceros [39,40,42].

De forma general se observa en la figura 1.23 que a medida que disminuye el tamaño de grano, tanto la elongación uniforme como la total tiende a decrecer, manteniéndose estable sobre  $1 \mu\text{m}$  hasta menores tamaños de grano. Claro está que la ductilidad del material se encuentra determinada no solamente de los factores antes mencionados, sino que también de la

microestructura presente en el acero. No obstante, para los fines que se emplean los aceros de construcción, el grado de ductilidad logrado con tamaños de granos ultrafinos se encuentra dentro del rango recomendado.

### 1.4.3 Efecto en la tenacidad.

Entre los diferentes métodos de endurecimiento, el refinamiento de grano no solamente incrementa los niveles de resistencia, sino también los de tenacidad. Las otras formas de endurecimiento hacen disminuir esta propiedad, mientras aumenta la resistencia. Esto significa que el endurecimiento por refinamiento de grano proporciona una mejor correspondencia resistencia – tenacidad.

Las propiedades a impacto de aceros ultrafinos fueron reportadas por *Song y col.* [39] analizando un acero al C-Mn, *Tsuji y col.* [42] en un acero IF, y *Hanamura y col.* [114] con bajo carbono. La figura 1.24 representa las curvas de resiliencia del acero de medio carbono (0.2 C, % en peso) para dos tamaños de grano [39]. Se observa que para el acero con grano convencional ( $6.8 \mu\text{m}$ ) la energía absorbida es inferior y la región de transición ocurre sobre una gama de temperatura más estrecha que para el acero ultrafino ( $1.3 \mu\text{m}$ ).

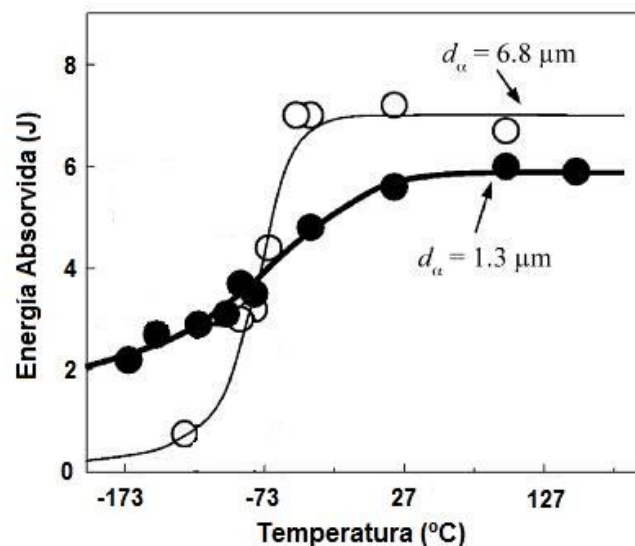


Figura 1.24: Dependencia de la resiliencia con la temperatura a diferentes tamaños de grano de ferrita [39].

La temperatura de transición dúctil – frágil es definida como la temperatura intermedia entre la energía superior e inferior [39]. En este caso se muestra una disminución de la temperatura de transición dúctil – frágil desde los  $-80$  a  $-120$  °C, asociado esta última al refinamiento de grano de ferrita en el rango ultrafino. En la región de transición dúctil – frágil, la dependencia de la



temperatura con la energía absorbida es reducida cuando el grano del acero se encuentra en el rango ultrafino.

Weng<sup>[47]</sup>, remarca el comportamiento diferente de un acero 20MnSi con la variación del tamaño de grano. En esta referencia se confirma los resultados reflejados anteriormente, que reflejan la disminución de la temperatura de transición con un tamaño de grano fino. De acuerdo con la relación Hall – Petch,  $T_c = a - bd^{-1/2}$  la temperatura de transición dúctil – frágil para granos ultrafinos corresponde a más baja temperatura, que para tamaños convencionales.

La figura 1.25 también muestra las curvas de energía absorbida vs. temperatura de prueba a impacto para un acero con varios tamaños de grano. El acero con grano ultrafino consume mayor energía para que ocurra la fractura frágil y a más baja temperatura que para los tamaños de grano convencionales (5 y 15  $\mu\text{m}$ ).

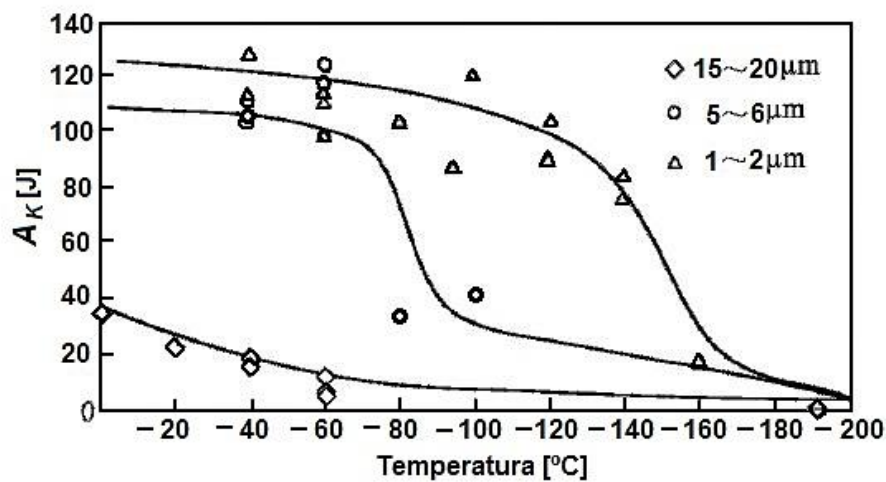


Figura 1.25: Resistencia al impacto a baja temperatura para diferentes tamaños de grano de ferrita<sup>[47]</sup>.

### 1.5 Resumen.

- Por medio de un procesamiento termomecánico avanzado es posible obtener una microestructura de ferrita ultrafina en los aceros. Es una técnica adaptable a grandes producciones y longitudes, permitiendo incorporarse a nivel industrial con modificaciones en el procesamiento y la adaptación de la composición química del acero al proceso.
- Mediante un procesamiento termomecánico controlado por la recrystalización dinámica, es posible producir una microestructura homogénea, caracterizada por tener granos ultrafinos equiaxiales, separados por un borde de grano de alto ángulo y libre de defectos.
- El refinamiento de grano vía recrystalización dinámica es promovido por una alta deformación en la fase de fácil recrystalización, para luego deformar a baja temperatura en la región de no recrystalización. Mediante repetidas recrystalizaciones dinámicas y tiempos interfase cortos se refina aún más la austenita para aprovechar la posterior transformación de fase.
- Una mayor refinación de la microestructura es lograda aumentando la tasa de nucleación en la transformación, siendo promovida al incrementar la superficie de los granos de austenita y reduciendo la temperatura a la que inicia la transformación a ferrita.
- La transformación dinámica inducida por la deformación es un proceso con el cual se puede producir fácilmente granos ultrafinos empleando rutas simples de procesamiento termomecánicos. Es posible aplicar este procedimiento en aceros al C-Mn y en microaleados.
- Existen tres factores principales que promueven la formación de granos ultrafinos de ferrita durante la transformación inducida por la deformación. Estos son: una elevada deformación, adecuada temperatura de deformación (entre  $A_{e3}$  y  $A_{r3}$ ) y apropiada velocidad de enfriamiento, aunque la austenita de partida también tiene una marcada influencia en la microestructura final.
- Mediante el correcto control de las variables del procesamiento termomecánico, así como el empleo de la recrystalización dinámica y la transformación de la ferrita inducida por la deformación, es posible ultrarefinar la microestructura de los dos aceros del actual trabajo.

## CAPITULO 2

## MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

A continuación se detalla los materiales y el equipamiento experimental para el desarrollo de este trabajo, así como el procedimiento experimental realizado para la caracterización de los fenómenos metalúrgicos presentes en el conformado en caliente de los aceros en estudio.

En la primera parte se presenta la composición de los aceros estudiados, la forma de preparar las muestras y los equipos empleados para las actividades experimentales. Y en la segunda las técnicas para la caracterización termomecánica y microestructural. En la figura 2.1 se representa el procedimiento experimental a seguir para cumplir los objetivos propuestos en esta investigación.

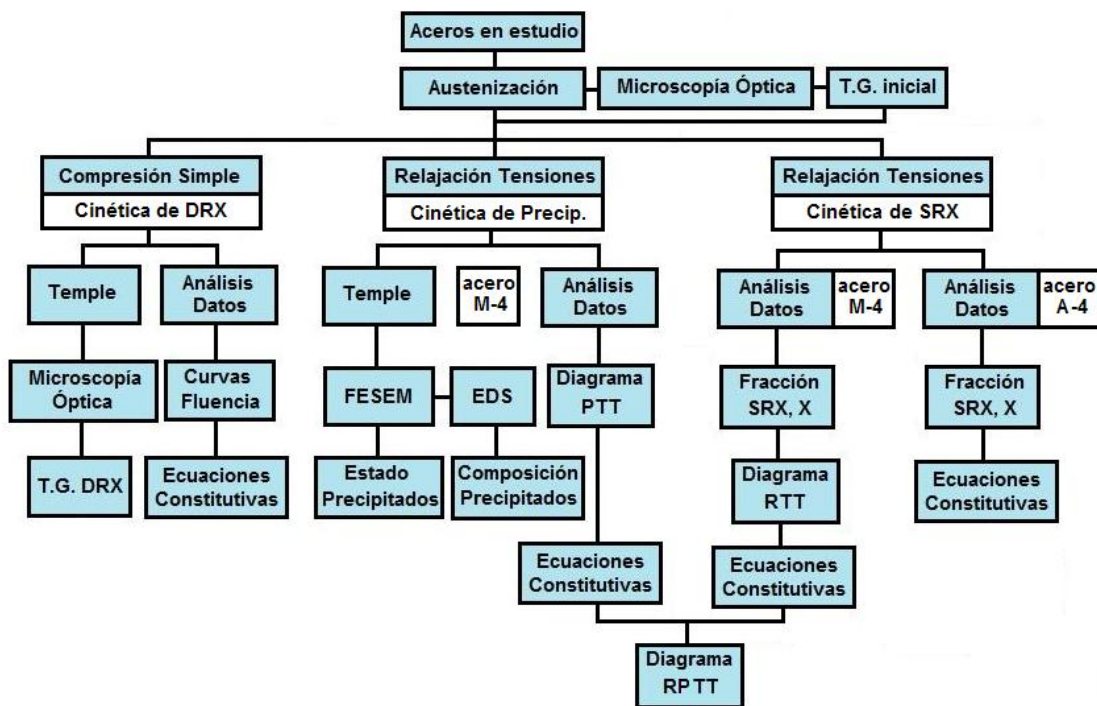


Figura 2.1: Procedimiento experimental.

## 2.1 Materiales.

Los materiales analizados para este estudio son aceros de construcción creados en el Grupo de Materiales Metálicos en el Departamento de Ciencia e Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Politécnica de Cataluña. El primero es un acero al C-Mn y el segundo microaleado al Nb-V con similar composición química base del primero (ver tabla 2.1). Estos aceros son designados como A-4 y M-4, respectivamente.

Los lingotes de los aceros fueron elaborados en el laboratorio del Dr. Sebastián Medina empleando el método de *Refusión por Electroescoria* (Electroslag Remelting, ESR), utilizando un horno que se encuentra en las instalaciones del Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Madrid. Las coladas las efectuó Gonzalo Varela en el marco de su tesis doctoral. Se analizaron las muestras obtenidas a partir de los lingotes mediante espectroscopía de emisión óptica, para conocer la composición química general. Y por medio del analizador elemental Leco se determinaron con mayor exactitud los contenidos de C, S, O y N.

Tabla 2.1: Composición química de los aceros estudiados.

Aceros	C	Si	Mn	S	Cr	Mo	Al	Cu	Nb	V	N
A-4	0.18	0.47	1.66	0.012	0.075	0.025	0.007	0.23	–	–	0.0085
M-4	0.18	0.44	1.50	0.010	0.16	0.03	0.012	0.23	0.026	0.09	0.0097

En la tabla 2.1 se puede observar que la principal diferencia entre los aceros reside en el contenido de V y Nb, los demás elementos no difieren mucho su porcentaje en peso. La presencia de estos elementos microaleantes Nb y V responde a la necesidad de evaluar el efecto de la microaleación conjunta Nb + V sobre la cinética de recristalización dinámica, estática y/o metadinámica.

### 2.1.1 Preparación de las muestras.

Una vez que los resultados del análisis de las composiciones químicas fueron satisfactorios se procedió a forjar los lingotes en forma de palanquilla cuadrada, con longitud de unos 320 mm y sección de 60 × 60 mm (figura 2.2), dejándolos listos para su posterior mecanizado. Debido a la solidificación orientada de los lingotes obtenidos por ESR y en consecuencia a la ausencia de rehecho, los mismos no necesitan de operaciones de forja como ocurre en los lingotes convencionales. No obstante, se procedió a forjarlos con la intención de eliminar cualquier defecto interno que hubiera podido formarse durante el proceso de fabricación y destruir la estructura de solidificación. Posteriormente las palanquillas se introdujeron durante 10 min en el horno a 1100 °C para eliminar la acritud de forja y de esta forma se homogeneizó la estructura y la composición química.

A partir de los lingotes se mecanizaron probetas para realizar los diferentes ensayos planificados distinguidos en el procedimiento experimental. En su totalidad las probetas de compresión fueron elaboradas con un diámetro de Ø 5 mm y longitud de 10 mm, dimensiones recomendadas por la ASTM E209 – 65<sup>[115]</sup> para los ensayos de compresión, con relación de esbeltez de 2. Las probetas de compresión fueron empleadas para realizar los ensayos termomecánicos en el Dilatómetro de

Temple – Deformación instalado en el Centro Tecnológico de Manresa (CTM). Tanto la superficie de las muestras como las caras del cilindro fueron elaboradas hasta un acabado fino, quedando las caras plano paralelas. También fueron utilizadas en los ensayos térmicos empleando un horno tubular.

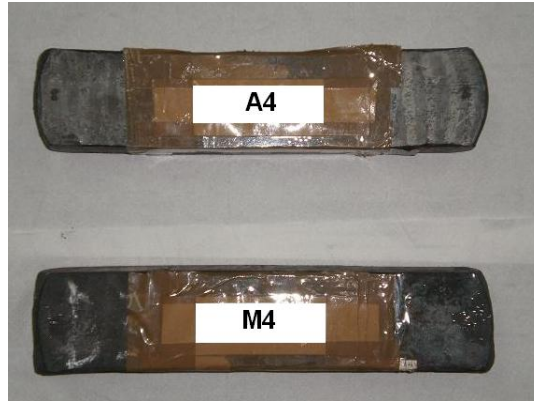


Figura 2.2: Lingotes forjados a partir del obtenido por ESR.

### 2.2 Equipamiento experimental.

A continuación se describen los diferentes equipos empleados en los ensayos y análisis microestructurales, características principales y condiciones de explotación.

#### 2.2.1 Equipo de ensayos térmicos.

Los tratamientos térmicos de austenización para estudiar los tamaños de granos iniciales aplicados a los dos aceros fueron efectuados en el Horno Tubular mostrado en la figura 2.3. En todos los tratamientos se empleó atmósfera inerte de Argón para evitar la oxidación de las probetas. El ciclo térmico aplicado se detalla en el epígrafe 2.3.1. Posterior a la austenización de las muestras durante 5 *min* fueron enfriadas rápidamente en agua, con el fin de revelar el tamaño de grano austenítico de partida y evaluar la dependencia del tamaño de grano con la temperatura de tratamiento. Este equipo consta de un dispositivo controlador de las rampas de calentamiento en el cual fue introducido los valores correspondientes del ciclo térmico.



Figura 2.3: Horno tubular empleado en los tratamientos térmicos.

### 2.2.2 Equipo de ensayo termomecánico.

El equipo empleado para realizar los ensayos termomecánicos es un dilatómetro de grandes prestaciones de la firma alemana Bähr, modelo DIL805A/D. Este dilatómetro está instalado en el Centro Tecnológico de Manresa (CTM), Barcelona. Permite simular diversas condiciones de termoconformado sobre pequeñas muestras de laboratorio, realizando simulaciones de procesos termomecánicos con gran versatilidad. En la figura 2.4 se muestra el equipo en cuestión, que puede emplearse para registrar cambios de fase y estructurales, así como determinar parámetros para la construcción de los diagramas PTT, RTT, TTT, DTTT y TTA.

El equipo contiene módulos para diferentes ensayos, el primero para pruebas dilatométricas, el segundo para ensayos de compresión y el último para tracción – compresión. En este trabajo solamente se emplea el módulo de compresión que consta de un actuador hidráulico, capaz de suministrar la fuerza necesaria para deformar las muestras. Las probetas se pueden deformar variando algunos parámetros (temperatura, deformación, velocidad de deformación, tiempo entre deformaciones, velocidad de enfriamiento y calentamiento). Así la deformación puede ser realizada en una compresión, compresiones múltiples, a velocidad de deformación constante o con velocidad del cabezal constante.



Figura 2.4: Dilatómetro de temple y deformación modelo DIL805A/D.

La particularidad de este equipo es que se puede alcanzar altas temperaturas ( $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) a elevadas velocidades de calentamiento, ya que consta de una bobina de inducción que calienta la muestra hasta velocidades de  $100\text{ K/s}$ . Al igual, se pueden obtener altas velocidades de enfriamiento de hasta  $100\text{ K/s}$  a través de un enfriamiento con Argón, Helio ó  $\text{H}_2$ . Con la característica de que cada uno de estos gases permiten obtener diferentes rangos de velocidades de enfriamiento.

También es posible medir continuamente los valores de temperatura que presenta la probeta por estar soldado un termopar a la muestra. De igual modo se mide con precisión el cambio de longitud cuando se está calentando o deformando el material a través de un transductor de desplazamiento LVDT, por medio de dos extensores que topan la muestra. Un esquema simplificado de la ubicación de la probeta se representa a en la figura 2.5 que a su vez se encuentra en el interior de una cámara de vacío.

Todos los ensayos se realizaron trabajando en atmósfera de Argón para evitar la oxidación de las muestras y enfriando con el mismo gas empleando la segunda válvula del equipo, la cual proporciona un mayor flujo y velocidad de enfriamiento.



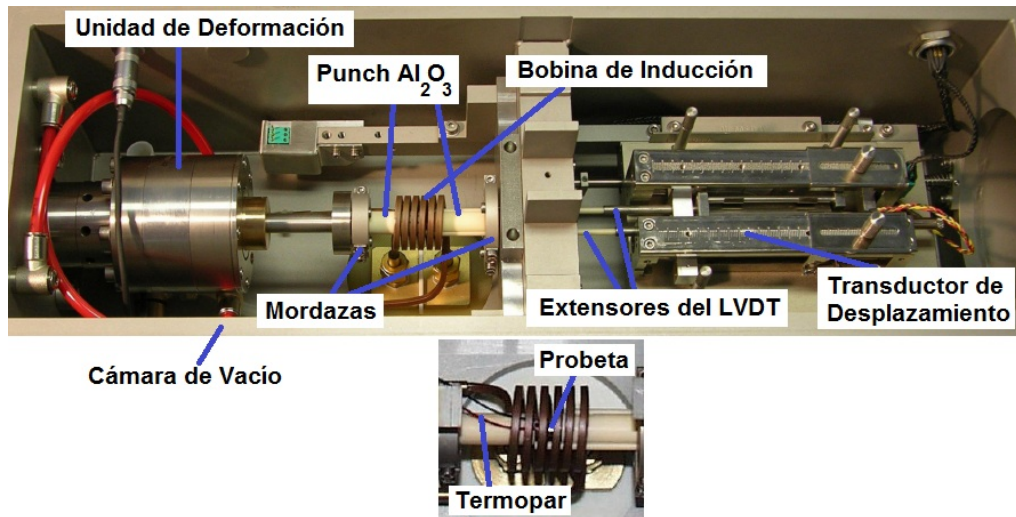


Figura 2.5: Disposición de la muestra en el interior de la cámara de vacío.

Este equipo se empleó en los ensayos de compresión simple y los de relajación de tensiones para evaluar los diferentes fenómenos que intervienen en la deformación en caliente. Previamente se establecen e incorporan mediante un ordenador acoplado a este equipo las condiciones de los ensayos, siendo establecido un estricto control de los parámetros.

### 2.2.3 Microscopía óptica.

Todas las probetas se analizaron mediante Microscopía Óptica (MO) con un equipo OLYMPUS modelo GX51 de luz reflejada (figura 2.6), dotado de cinco objetivos  $\times 5$ ,  $\times 10$ ,  $\times 20$ ,  $\times 50$  y  $\times 100$ , lo que le permite trabajar en un rango entre 50 y 1000 aumentos.

A este microscopio va acoplado a un módulo informático que mediante una cámara digital JVC KY-F1030U y el software de análisis de imágenes OMNIMET ENTERPRISE permite la visualización, captura, edición y análisis de imágenes.

Se realiza el análisis de la microestructura austenítica obtenida en diferentes ensayos. Por ejemplo, se determina el tamaño de grano de partida en los ensayos de austenización y granos recristalizados dinámicamente en los de compresión simple.

De forma general, posterior a los tratamientos, se encastan las muestras en baquelita, seguido de un proceso de desbaste – pulido y finalizando con un ataque químico – térmico para poder revelar el límite de grano austenítico. El proceso de desbaste se llevó a cabo con lijas de SiC con N° 600, 800 y 1200 mientras que el pulido posterior se realizó pasando las muestras por paños empleando pasta de diamante de 6, 3 y 1  $\mu m$ .





Figura 2.6: Microscopio óptico Olympus Modelo GX51.

El revelado de los bordes de grano austenítico se realiza atacando las muestras con un reactivo específico. Se preparó una solución sobresaturada de ácido pícrico en agua destilada ( $80\text{ cm}^3$ ), con la adición de jabón líquido biodegradable ( $20\text{ cm}^3$ ) del tipo MISTOL como agente humectante y 4 gotas de ácido clorhídrico (HCl al 37 %). El ataque se aplicó en caliente (sobre los  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) y la superficie de la muestra se iba limpiando sistemáticamente con un pincel a medida que progresaba el ataque, para eliminar la capa pasivante que se producía.

Una vez revelado el límite de grano, se observó y fotografió la muestra para proceder a determinar los valores promedios del tamaño de grano austenítico con sus desviaciones. Mediante el software de análisis de imágenes OMNIMET ENTERPRISE se pudo determinar el área de cada grano y con ello se calculó el diámetro promedio equivalente en cada condición de conformado. Este método de determinación del grano promedio indiscutiblemente es planimétrico y es equivalente al de intercepción lineal descrito en la norma ASTM E112 <sup>[116]</sup>.

#### 2.2.4 Microscopía electrónica de barrido (FESEM).

Para un análisis del comportamiento de la precipitación inducida por la deformación en el acero microaleado se empleó el Microscopio Electrónico de Barrido con Cañón de Emisión de Campo (Field Emission Scanning Electron Microscopy, FESEM), marca JEOL JSM – 7001F (figura 2.7), dotado de un sistema de microanálisis por dispersión de energía dispersiva de rayos X (EDX).

En el estudio y caracterización de los precipitados se empleó hasta 30 000 aumentos, trabajado con un potencial de 2.5 keV y una distancia de 4.2 mm aproximadamente. Este valor de potencial permite obtener resoluciones elevadas, aunque una disminución de la profundidad de campo en la zona que se desea analizar.

Las superficies de las muestras analizadas se prepararon de igual manera que en microscopía óptica. Sin embargo, fue necesario aplicar un paso de pulido con diamante de 0.25  $\mu\text{m}$  y otro posterior especular empleando Alúmina durante 1 h. No fue necesario atacar la superficie, puesto que quedaron en relieve los precipitados.



Figura 2.7: Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM – 7001F.

En este microscopio se analizaron muestras con diferentes tiempos de temple para confirmar la existencia de pequeños precipitados durante los ensayos de relajación de tensiones interrumpidos, efectuados para comprobar el método mecánico empleado en la construcción de las curvas de Tiempo – Temperatura – Precipitación (PTT) a diferentes condiciones de conformado. Esta técnica generalmente no es aplicada para caracterizar estos tamaños de partículas, sin embargo se pudo observar una distribución de precipitados que intervienen durante el ablandamiento estático y metadinámico del acero microaleado, pudiendo analizar mediante EDX cualitativamente y cuantitativamente los elementos presentes de algunos precipitados en el área seleccionada.

### 2.3 Análisis termodinámico mediante FactSage.

Mediante el software FactSage en su versión 6.1 (figura 2.8) se realizó un análisis termodinámico de los aceros en estudio. El software termodinámico empleado presenta varios módulos, base de datos y ecuaciones termodinámicas, que permite al usuario determinar una serie de parámetros en estado de equilibrio. Se puede acceder y manipular sustancias puras, soluciones e introducir composiciones químicas de otros materiales que no se encuentran en la base de datos. Con los diferentes módulos es posible realizar una amplia variedad de cálculos termoquímicos y generar tablas, gráficos y figuras de interés.

Una vez que se introduce la composición química de los materiales, el programa se encarga de calcular y determinar los diferentes parámetros termodinámicos. Mediante este proceder, se determinó los diagramas de fase, las temperaturas de transformación en equilibrio y el comportamiento de la fracción de volumen de los precipitados. Con esta última información es posible dar una explicación coherente a la interacción entre la precipitación y los fenómenos de crecimiento de grano, recristalización dinámica, estática y metadinámica.

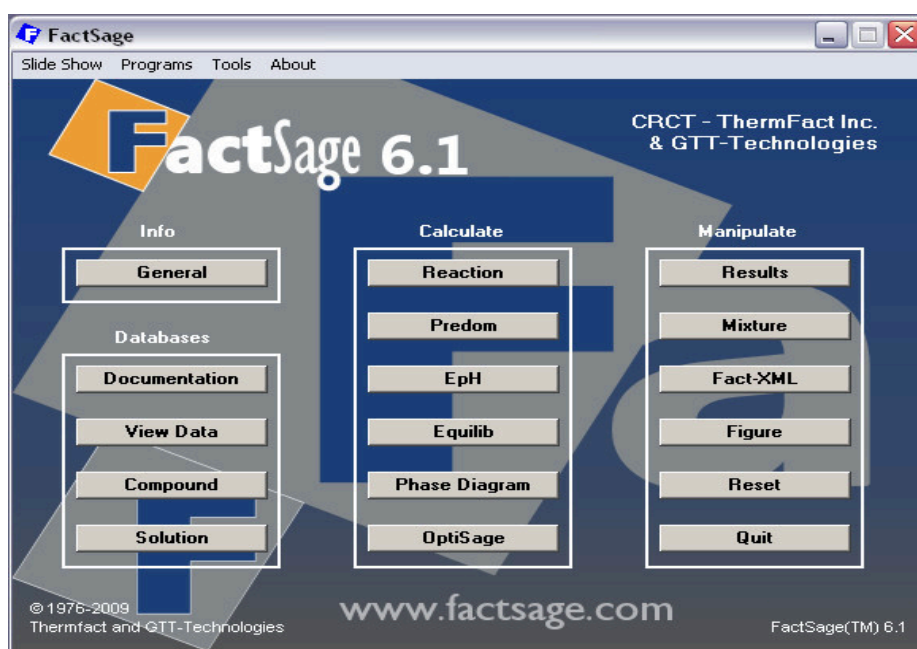


Figura 2.8: Programa FactSage 6.1 empleado en el cálculo termodinámico.

## 2.4 Procedimiento experimental.

En este epígrafe se detallan los ensayos efectuados para evaluar los fenómenos presentes en el proceso de conformado para los aceros de la tabla 2.1, siguiendo el procedimiento experimental mostrado en la figura 2.1. Se describen las condiciones empleadas en los ensayos termomecánicos, con que fin se realizan y la forma de determinar algunos parámetros en los mismos. Entre las pruebas se encuentran las de austenización, compresión simple y relajación de tensiones. Posterior a las pruebas termomecánicas se efectúa el revelado de la microestructura obtenida y se determinan las ecuaciones constitutivas que describen cada fenómeno con su influencia en el tamaño de grano final.

### 2.4.1 Tratamientos de austenización.

El primer paso que se llevó a cabo antes de comenzar los diferentes ensayos termomecánicos, fue evaluar el comportamiento del tamaño de grano austenítico en los dos aceros con respecto a las temperaturas de austenización. Esto se realiza con el objetivo de caracterizar el estado austenítico previo a la deformación, evaluando su respuesta con la variación de la temperatura y determinando las temperaturas a las cuales se debe realizar la homogeneización de los materiales para los posteriores ensayos termomecánicos. También determinando las temperaturas a las cuales el tamaño de grano entre los dos aceros es semejante y de esta manera condicionar a un mismo tamaño de grano y así poder distinguir la influencia de la microaleación sobre los fenómenos de recristalización dinámica, estática y metadinámica.

Para ello se austenizaron las muestras de ambos aceros en el Horno tubular a temperaturas de austenización ( $T_A$ ) de 1100, 1150, 1200, 1250 y 1300 °C respectivamente, a velocidad de calentamiento de 2 °C/s, con un mantenimiento a la temperatura de austenización de 5 min (300 s) para homogenizar la estructura con un posterior temple en agua siguiendo el ciclo térmico mostrado en la figura 2.9.

Una de las temperaturas inferiores elegidas para la austenización del acero M-4 fue de 1150 °C. No es un valor arbitrario, ya que esta es la temperatura que corresponde al cálculo de valores de temperaturas suficientes para que se complete la disolución de los precipitados presentes en el acero. Estos valores se obtienen de las temperaturas de solubilidad para los diferentes compuestos (carburos, nitruros y carbonitruros de Nb y V) deducidas por *Turkdogan* <sup>[117]</sup>. Estas temperaturas de austenización seleccionadas son mayores que los valores calculados de temperatura de solubilidad (1149 °C), y así se garantiza que todos los precipitados estén completamente disueltos. Posteriormente se encastan las muestras y luego se procede a un pulido

de desbaste y acabado, finalizando con un ataque químico – térmico para poder revelar el límite de grano austenítico de partida, como se establece en el epígrafe 2.2.3.

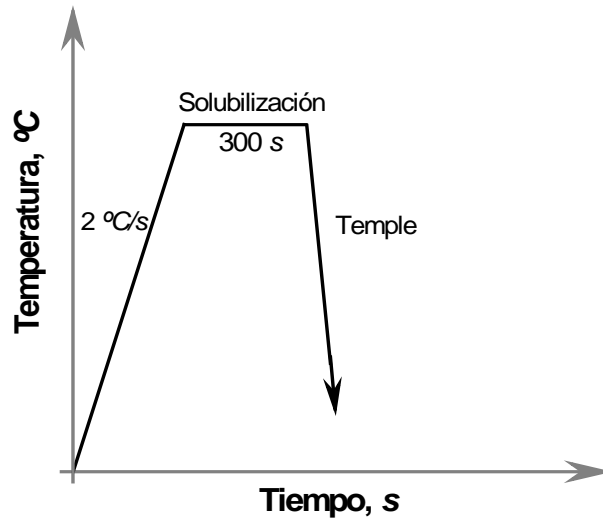


Figura 2.9: Ciclo térmico del tratamiento de homogeneización.

#### 2.4.2 Ensayos de compresión simple.

Los ensayos de compresión simple posibilitan caracterizar los procesos de fluencia plástica que tienen lugar durante el conformado a altas temperaturas de un material y obtener las ecuaciones constitutivas que los definen. Dichas ecuaciones permiten predecir los valores de tensión que se alcanzan durante el conformado de los materiales en función de la velocidad de deformación, deformación y temperatura de deformación. También se logra el análisis de los fenómenos que tienen lugar durante el flujo plástico de los aceros en la operación de conformado (restauración y/o recristalización dinámica).

Los ensayos de compresión se efectuaron en el dilatómetro representado en la figura 2.4, empleando el módulo de compresión. Un esquema general del ciclo termomecánico a efectuar en estos aceros es el que se establece en la figura 2.10. Primero las muestras son calentadas hasta la temperatura de austenización, manteniéndola un tiempo hasta lograr la homogeneización de la microestructura, enfriado hasta la temperatura de ensayo y deformando las probetas. Posteriormente se realiza un temple para determinar el tamaño de grano austenítico resultante. Todo este ciclo ha sido trabajado en atmósfera controlada de Argón para evitar la oxidación de las probetas. Se empleó Molibdeno en las dos caras de las muestras como lubricante para disminuir la fricción y un flujo elevado de Argón para templarlas.

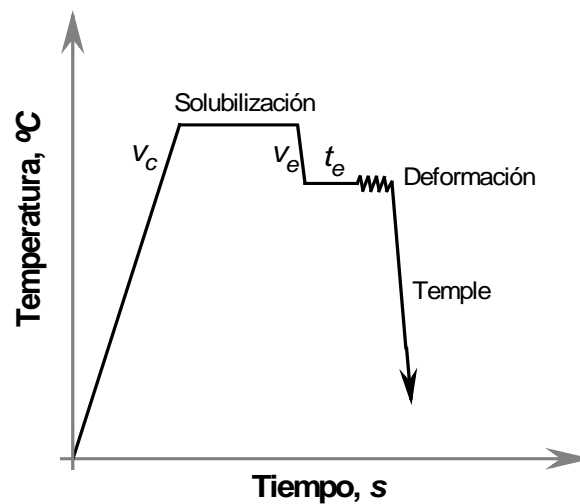


Figura 2.10: Esquema general del ciclo termomecánico para el ensayo de compresión simple.

El conjunto de experimentos reflejarán el comportamiento a la fluencia de los dos materiales estudiados en condiciones próximas a un procesamiento industrial. Para ello las temperaturas de ensayos seleccionadas se encuentran en el rango austenítico, variando desde los 900 °C hasta los 1200 ó 1100 °C según el material, con incrementos de 50 °C. Se analiza cinco velocidades de deformación de 0.001, 0.01, 0.1, 1 y 10  $s^{-1}$  hasta una deformación equivalente total de 0.8.

En este experimento será evaluado el efecto de la microaleación de Nb–V sobre el comportamiento a la fluencia del material. Para ello se harán experimentos partiendo de semejantes tamaños de grano iniciales para los dos aceros en estudio, que corresponde a una temperatura de austenización de 1200 °C. Los ciclos termomecánicos aparecen en las figuras 2.11 a) y b) para el acero de partida y el microaleado, respectivamente.

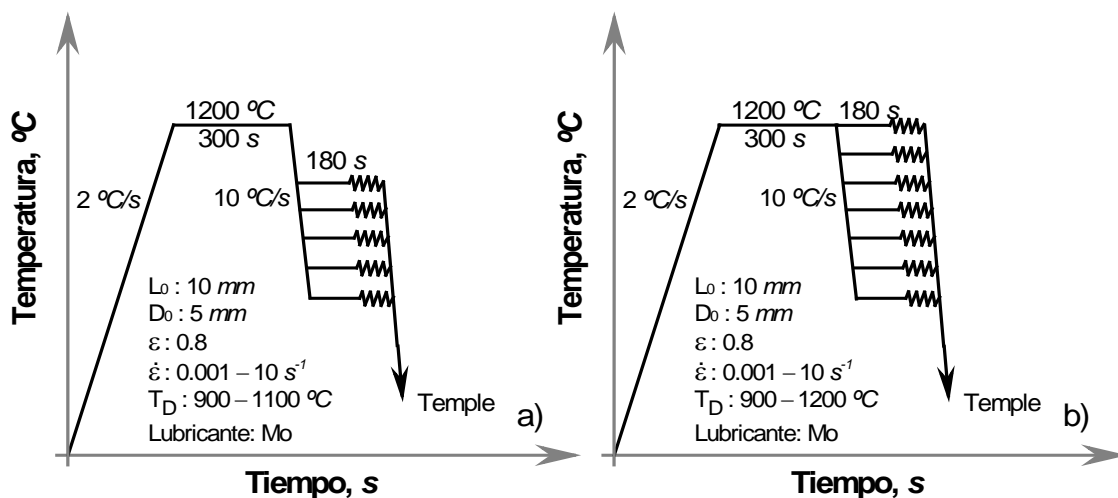


Figura 2.11: Ciclo termomecánico de los aceros estudiados: a) acero A-4, b) acero M-4.

#### 2.4.2.1 Determinación de las condiciones críticas para el inicio de la recrystalización dinámica.

Con el objetivo de determinar las condiciones críticas para el inicio de la recrystalización dinámica de una forma más precisa se empleó el método desarrollado por *Poliac y Jonas* <sup>[66,67]</sup> sobre las curvas de fluencia de ambos materiales. Las tensiones y deformaciones críticas para el inicio de la recrystalización dinámica se determinan usando la velocidad o tasa de endurecimiento ( $\theta$ ) como una función de la deformación equivalente ( $\epsilon$ ), aunque *Poliac y Jonas* <sup>[66]</sup> comprueban en su estudio que el resultado es igual a cuando se grafica la tasa de endurecimiento ( $\theta$ ) como una función de la tensión equivalente ( $\sigma$ ).

La primera derivada del esfuerzo con respecto a la deformación verdadera ( $\partial\sigma/\partial\epsilon$ ) en la región de deformación plástica, es conocida como velocidad o tasa de endurecimiento por deformación ( $\theta$ ). Bajo todas las condiciones experimentales se determina esta magnitud hasta la deformación de pico, graficando para ello éste parámetro en función de la deformación verdadera. Un ejemplo de la representación gráfica se muestra en la figura 2.12 a). Se observa que existe un punto de inflexión en la curva que representa el inicio de la recrystalización dinámica. No obstante, para asegurar que este punto se corresponde con el inicio de la recrystalización se procede a graficar la derivada de la tasa de endurecimiento en función de la deformación ( $\partial\theta/\partial\epsilon$ ), ubicando nuevamente el punto de inflexión distinguido anteriormente figura 2.12 b). Una vez comprobado que el punto pertenece a la deformación crítica se procede a buscar la tensión correspondiente a este valor en la curva de fluencia.

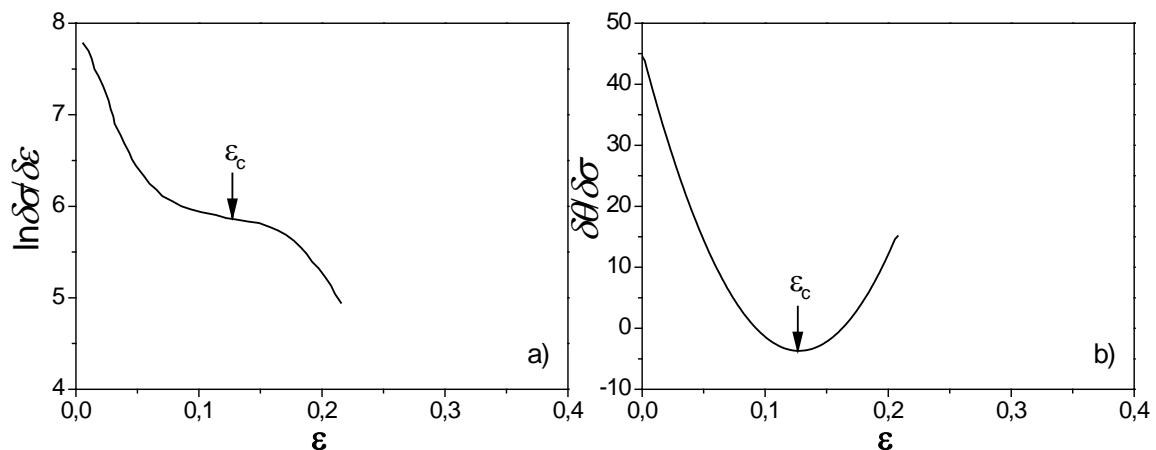


Figura 2.12: Determinación de la deformación crítica para el comienzo de la recrystalización dinámica.

Es importante destacar que como en este procedimiento se determina la tasa de endurecimiento mediante los datos experimentales, indiscutiblemente durante el proceso de derivación existen

altos niveles de ruido proporcionados por el proceso de cálculo adicionado al ruido correspondiente a la celda de carga durante el ensayo. Para atenuar este ruido se procedió a suavizar las curvas de tensión – deformación en la parte analizada empleando una herramienta de filtrado (Transformadas de Fourier, FFT) presente en el programa OringinPro 8.

#### 2.4.3 Ensayos de relajación de tensiones para determinar la cinética de recristalización estática y/o metadinámica.

La técnica de relajación de tensiones permite determinar la cinética de recristalización estática y metadinámica de los aceros. El ensayo termomecánico consta de dos partes bien establecidas: la primera es cuando se deforma la probeta bajo niveles predefinidos de temperatura, deformación y velocidad de deformación. La segunda consiste en mantener los punch de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en contacto con la probeta durante todo el ensayo, registrando la curva de relajación del material que refleja la variación de la tensión en dependencia del tiempo transcurrido, representando la ocurrencia de fenómenos que intervienen durante este proceso. El resultado de este ensayo es la variación de la tensión interna del material en relación al tiempo. El comportamiento permitirá establecer la cinética de ablandamiento de los materiales (SRX y/o MDRX) así como el comienzo, cincuenta por ciento y final de la recristalización ( $t_{0.05}$ ,  $t_{0.5}$  y  $t_{0.95}$ ).

Los ensayos para los dos aceros se realizaron en un rango de 850 – 1050 °C con incrementos de 50 °C, deformaciones de 0.05, 0.15 y 0.25, y velocidades de deformación comprendidas de 0.1, 1 y 10  $\text{s}^{-1}$  (figura 2.13). Posterior a esta etapa se deja relajar el material por un tiempo de 2400 s registrando los valores de carga en relación al tiempo transcurrido, para finalizar con un temple. Estos ensayos fueron efectuados en la cámara de vacío del dilatómetro ya citado y bajo atmósfera inerte de Argón para evitar la oxidación de las muestras, de igual manera los temples se realizaron empleando Argón con alta velocidad de enfriamiento.

Para poder delimitar cuando estamos en presencia de recristalización estática o metadinámica, se recurre a comprobar si la deformación aplicada en los experimentos es mayor o menor al valor de la deformación crítica para que ocurra la recristalización dinámica. En el caso de que la deformación aplicada sea mayor o igual a la deformación crítica, entonces estamos en presencia de una recristalización MDRX o mecanismo mixto SRX + MDRX. En caso contrario, si esta es menor, el ablandamiento actuante es estático. La deformación crítica para cada condición se determina según el método descrito por *Poliac y Jonas* [66,67].



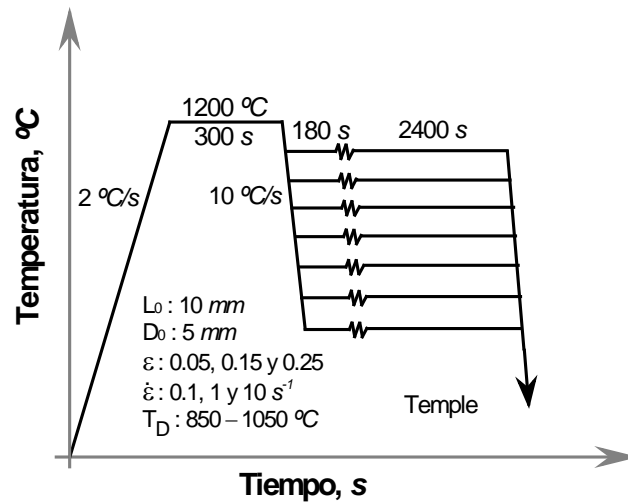


Figura 2.13: Ciclo termomecánico para determinar la cinética de SRX y/o MDRX.

Mediante el método desarrollado por *Karjalainen* <sup>[63]</sup> se determinó la fracción recristalizada para los dos aceros, a partir de las curvas de relajación de tensiones obtenidas. Para ello se aplica un ajuste lineal en la primera y tercera región de la curva de relajación, con las cuales se determinan las ecuaciones que se ajustan a las tendencias (figura 2.14). En todos los casos se distinguen las tres regiones referenciadas por *Karjalainen* <sup>[63]</sup>. La primera región en donde decrece la tensión a una velocidad constante, corresponde al proceso de recuperación <sup>[63]</sup>. Sigue una segunda en la que el ablandamiento ocurre a una mayor velocidad, característico de la recristalización estática y/o metadinámica. En el acero microaleado este fenómeno se ve claramente retrasado por la precipitación inducida por la deformación, o bien inhibido como indican las mesetas observadas en las curvas. La tercera región presenta una baja velocidad de relajación y pertenece al final del ablandamiento de la austenita, bien por creep, bien por crecimiento del grano <sup>[63]</sup>.

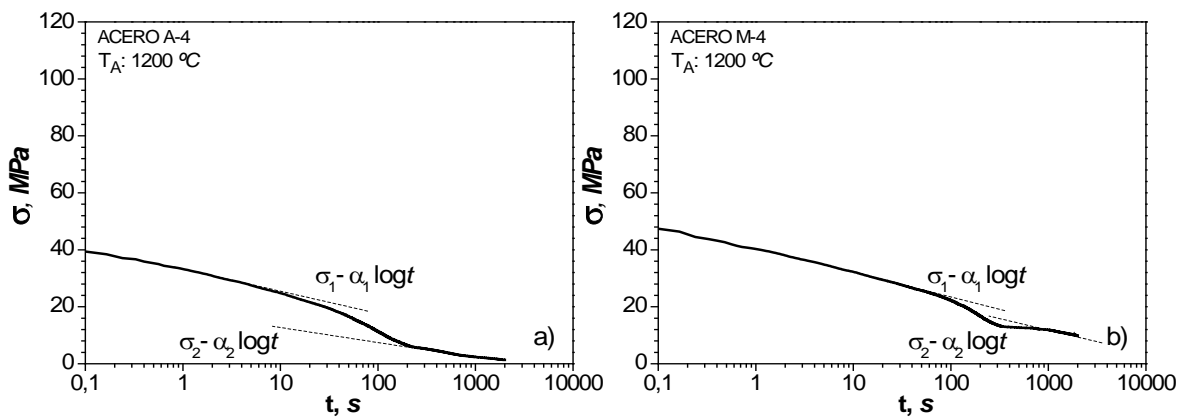


Figura 2.14: Forma de determinar la fracción recristalizada: a) acero A-4, b) acero M-4.

Sustituyendo cada uno de los términos de la ecuación 2.1 se pudo determinar el comportamiento de la fracción estáticamente recrystalizada en función del tiempo:

$$X = [(\sigma_1 - \alpha_1 \log t) - \sigma] / [(\sigma_1 - \sigma_2) - (\alpha_1 - \alpha_2) \log t] \quad (2.1)$$

siendo  $X$  la fracción de ablandamiento,  $\sigma_1$ ,  $\alpha_1$ ,  $\sigma_2$  y  $\alpha_2$  constantes obtenidas en las curvas de relajación en la primera y tercera región de la curva y  $\sigma$  el nivel de tensión en el instante de tiempo  $t$ . Cuando  $X$  es graficada en función del tiempo, la curva típica obtenida de la cinética de recrystalización presenta una forma sigmoideal y obedece la ley de Avrami:

$$X = 1 - \exp [- 0.693(t/t_{0.5})^n] \quad (2.2)$$

Donde  $t_{0.5}$  es el tiempo para el 50 % de fracción recrystalizada y  $n$  el exponente de Avrami, siendo los parámetros característicos que definen el proceso cinético. Este último parámetro se determina representando  $\log [\ln(1/1-X)]$  vs.  $t$ , siendo el exponente la pendiente de la curva de fracción recrystalizada. Claro está que en el acero microaleado la forma sigmoideal de la fracción recrystalizada será afectada por una meseta, que representa la interrupción del ablandamiento por la precipitación concurrente, por lo que se ha tomado solamente el valor de  $n$  en las curvas donde se logran más del 50 % de recrystalización, despreciando las demás de menor fracción ablandada puesto que no pueden brindar una información confiable de la tendencia por la acción de la precipitación.

#### 2.4.4 Ensayos de relajación de tensiones para determinar cinética de precipitación.

##### 2.4.4.1 Ensayos de relajación continuo.

Esta técnica experimental también permite obtener los diagramas de Precipitación – Temperatura – Tiempo (PTT) en condiciones isotérmicas. El resultado de este ensayo es la variación de la tensión interna del material en relación al tiempo y el comportamiento permitirá establecer el comienzo ( $P_s$ ) y final de la precipitación inducida por la deformación en el acero microaleado ( $P_f$ ). En el artículo publicado por *Liu y Jonas* <sup>[80]</sup> se establece y defiende la elevada sensibilidad de este método para determinar la ocurrencia del comienzo y final de precipitación, en comparación con los establecidos en otras investigaciones <sup>[80–84]</sup>.

Aprovechando las curvas de relajación obtenidas en el acero M-4 para determinar la cinética de recrystalización estática y/o metadinámica, se determinan los puntos característicos  $P_s$  y  $P_f$ . La forma de análisis de los resultados será muy diferente a la anterior, y se empleará el método

descrito por *Liu y Jonas* [80,81]. Estos resultados van asociados a la variación de la carga registrada en el ensayo ( $\Delta\sigma$ ). Por ejemplo, para determinar  $P_s$ , se trazó una línea tangente a los valores registrados en la primera parte de la curva y en donde comienza a existir un cambio de pendiente así como la diferencia de carga se iguala a cero es seleccionado el punto  $P_s$ . De la misma forma para determinar  $P_f$ , fue trazada una tangente al comportamiento de la curva en donde empieza a decrecer los valores de la tensión a consecuencia del engrosamiento de los precipitados, y en donde exista mayor diferencia de tensión se ubica  $P_f$  (ver figura 2.15).

Como en el acero A-4 no existe precipitación, la curva obtenida permite comparar y establecer con mayor precisión el comienzo de la precipitación del acero microaleado. Para ello se superpusieron las curvas de relajación de los dos materiales bajo las mismas condiciones de ensayo. Ejemplo de cómo se obtiene estos valores lo representa la figura 2.15. En la primera etapa de las curvas existe una coincidencia hasta que empieza a delimitarse un cambio de pendiente del acero microaleado. Esta variación se puede atribuir a la nucleación o aparición de pequeños precipitados inducidos por la deformación.

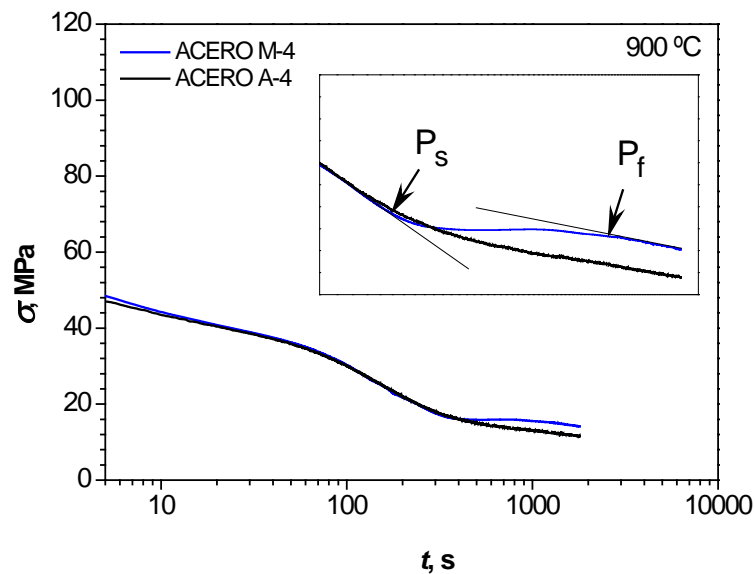


Figura 2.15: Forma de comprobar los comienzos y finales de precipitación.

Se determinaron los comienzos y final de precipitación para las mismas condiciones de conformado establecidas en el epígrafe 2.4.3, siguiendo los métodos descritos con anterioridad y comprobando el ensayo mecánico por medio de ensayos interrumpidos recogido en el siguiente epígrafe 2.4.4.2. Con estos resultados fueron trazados los diagramas PTT y obtenidas las ecuaciones constitutivas que prevén el comportamiento de la cinética de precipitación del acero microaleado.

### 2.4.4.2 Ensayos de relajación interrumpidos.

Como fase complementaria a los ensayos de relajación continuos se establecieron los ensayos interrumpidos. El objetivo de estas pruebas es determinar la evolución de los precipitados por medio de FESEM a varios tiempos de relajación y de comprobar si coinciden los resultados alcanzados con los ensayos mecánicos (relajación de tensiones).

Para ello siguiendo el mismo ciclo establecido en las pruebas continuas se realizó el temple de las muestras a diferentes tiempos (figura 2.16). Seleccionando ensayos a 950 y 1100 °C, a velocidad de deformación igual a  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , con una deformación de 0.05 a varios tiempos de temple (i. e. 200, 300, 1000 y 3000 s). En el caso de verificar las etapas a una mayor deformación del 0.25 se establecieron tiempos de temple de 100, 200, 300 y 1000 s.

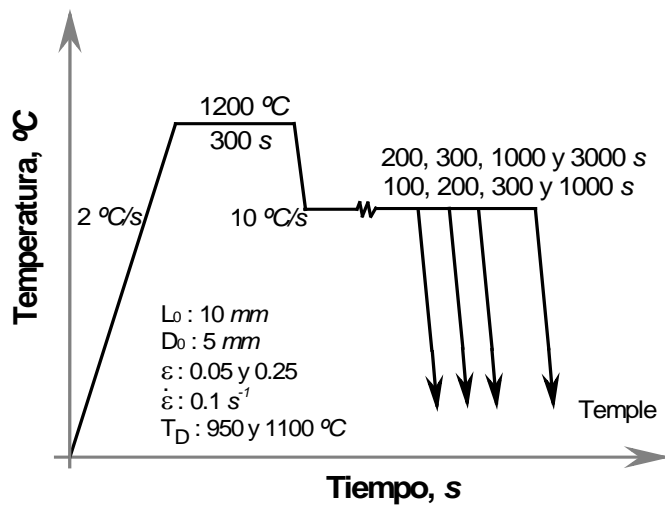


Figura 2.16: Relajación de tensiones con temple intermedios.

## CAPITULO 3

### RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN.

Este capítulo comienza con los cálculos de fracción de volumen de precipitados en equilibrio obtenidos mediante el software termodinámico FactSage v6.1, determinando también los valores de las temperaturas de transformación. Estos resultados son de gran importancia, ya que ayuda a dar una explicación coherente al comportamiento en caliente de los aceros objeto de estudio bajo el efecto soluto y/o precipitado.

Posteriormente se reflejan los resultados de los tratamientos de austenización de los dos aceros a varias temperaturas y de esta forma se determinan las temperaturas de homogeneización para los tratamientos termomecánicos nombrados anteriormente.

La evaluación de la recristalización dinámica y/o restauración en el estado austenítico se efectúa mediante ensayos de compresión simple isotérmicos. Estos ensayos continuos fueron efectuados a temperaturas entre 900 y 1100 °C, con incrementos de 50 °C, a velocidades de deformación de 0.001, 0.01, 0.1, 1 y 10 s<sup>-1</sup> hasta una deformación total de 0.8 (acero A-4). Para el acero microaleado (M-4) se realizaron bajo estas mismas condiciones pero hasta temperaturas de deformación de 1200 °C.

Para evaluar la cinética de recristalización estática y/o metadinámica se realizaron pruebas de relajación de tensiones, aplicando deformaciones previas a la relajación iguales a 0.05, 0.15 y 0.25, a temperaturas desde 850 a 1050 °C y velocidades de deformación de 0.1, 1 y 10 s<sup>-1</sup>.

Para evaluar la cinética de precipitación del acero microaleado se procedió a analizar los ensayos de relajación de tensiones isotérmicos efectuados anteriormente. A partir de este análisis se construyeron los diagramas PTT y se compararon con resultados reportados en literatura, construyendo entonces los diagramas RPTT para cada condición ensayada.

#### 3.1 Análisis termodinámico mediante FactSage.

Antes de comenzar a estudiar los fenómenos existentes en el conformado en caliente en estado austenítico, es necesario realizar el cálculo termodinámico previo que prediga las fases presentes en el material y el intervalo de temperatura donde coexisten. Para ello, mediante el software comercial FactSage en su versión 6.1 se determinó los diagramas de equilibrio de los aceros

analizados, así como también el comportamiento de la fracción de precipitados en función de la temperatura.

El software termodinámico empleado presenta una serie de módulos, base de datos y ecuaciones termodinámicas, que permite al usuario determinar una serie de parámetros en estado de equilibrio. Se puede acceder y manipular sustancias puras, soluciones e introducir composiciones químicas de otros materiales que no se encuentran en la base de datos. Con los diferentes módulos es posible realizar una amplia variedad de cálculos termoquímicos y generar tablas, gráficos y figuras de interés.

A partir de estos diagramas obtenidos mediante cálculos termodinámicos se indica que la región austenítica para el acero A-4 se encuentra en el rango de temperatura entre los 809 hasta 1470 °C (figura 3.1). Mientras que para el acero M-4 son elevadas las temperaturas de transformación, desde 815 hasta 1480 °C (figura 3.2). Estos valores calculados son los del estado de equilibrio y difieren de los reales, pero su conocimiento permite acotar los ensayos termomecánicos en la fase austenítica.

Asímismo se pudo determinar  $A_{e1}$ , es decir la temperatura a la que tiene lugar la transformación eutectoide y donde por ende toda la ferrita primaria ya se ha formado. Estas temperaturas resultaron ser de 676 y 689 °C en los aceros A-4 y M-4, respectivamente.

El valor de la temperatura donde comienza a transformar la austenita en ferrita bajo un enfriamiento continuo  $Ar_3$  fue determinada mediante la ecuación 3.1 propuesta por *Ouchi y col.* <sup>[118]</sup>. Comparando las temperaturas de transformación de estos aceros (tabla 3.1), se aprecia que en el microaleado son ligeramente superiores a las del acero base.

$$Ar_3 = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo \quad (3.1)$$

donde los elementos de la ecuación anterior se expresan en % en peso.

Tabla 3.1: Temperaturas de transformación de los aceros analizados.

Aceros	$A_{e3}$ , °C	$A_{e1}$ , °C	$Ar_3$ , °C
A-4	809	676	714
M-4	815	689	725

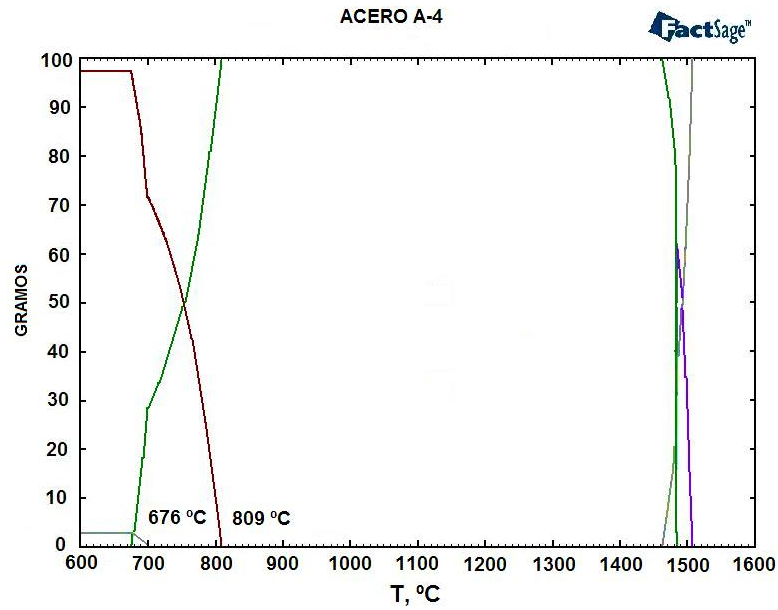


Figura 3.1: Cálculo mediante FactSage de las temperaturas de transformación para el acero A-4.

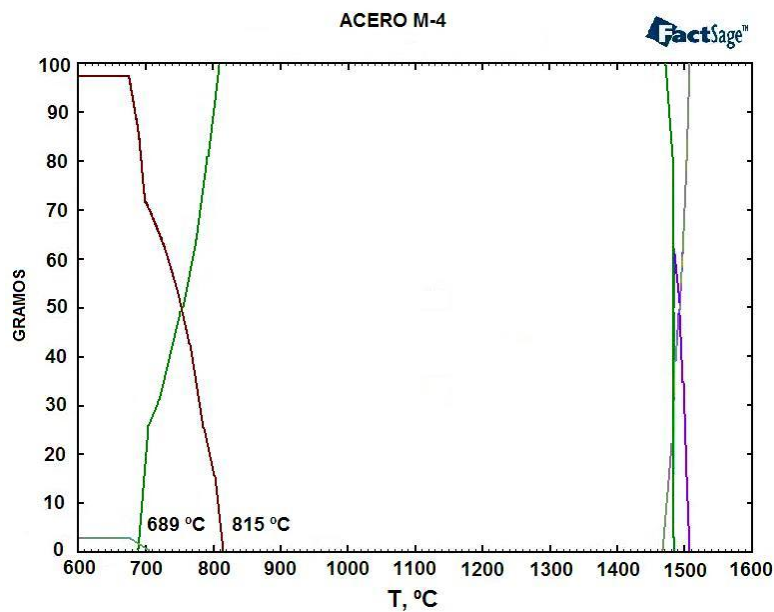


Figura 3.2: Cálculo mediante FactSage de las temperaturas de transformación para el acero M-4.

Mediante este mismo software, fue determinada la fracción de volumen de los precipitados con la variación de la temperatura, graficando los resultados con el programa OriginPro 8. En el primer caso (figura 3.3 a), se representa la fracción de precipitados del acero A-4 teniendo como partículas precipitantes una pequeña fracción de volumen de AlN. Sin embargo, para el segundo caso (figura 3.3 b) existe un incremento de la fracción de precipitados formados a partir de la microadición con Nb-V, precipitando también una pequeña porción de AlN.

Estas curvas de los precipitados obtenidas en estado de equilibrio para el acero M-4 se corresponden con carbonitruros complejos de (Nb,V), y es coincidente con los resultados obtenidos por otros autores. *Pandit y col.* [82], y *Li y col.* [119] comentan que la simplificación de los resultados se debe a que los nitruros y carburos de niobio y vanadio son mutuamente solubles [82,119-122].

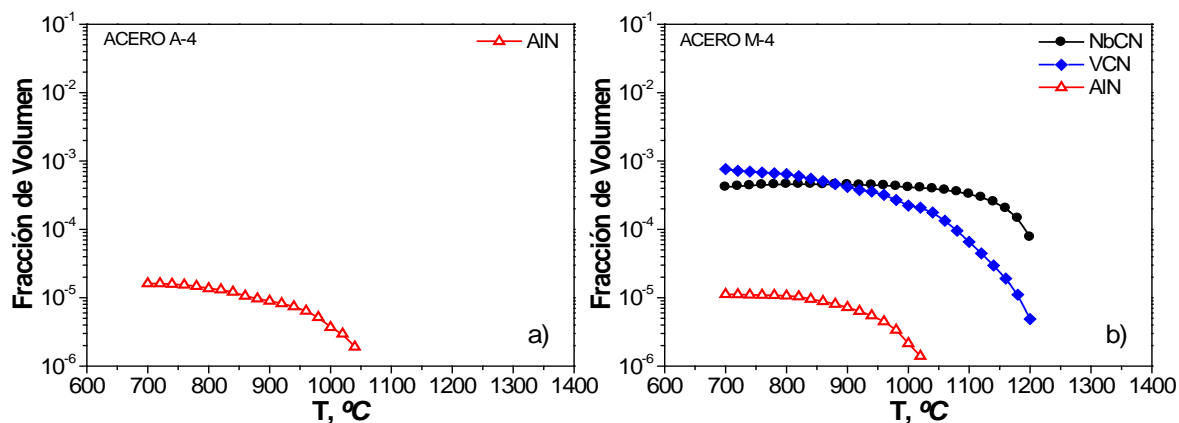


Figura 3.3: Fracción de volumen de precipitados vs. Temperatura: a) acero A-4, b) acero M-4.

En la figura 3.3 b) se destaca que los carbonitruros de V tienen mayor estabilidad a bajas temperaturas, entre los 700 a 850 °C aproximadamente. A partir de los 850 °C empieza a acelerar la velocidad de disolución, que llega a incrementarse sobre los 1000 °C; siendo la fracción de precipitados muy pequeña a temperaturas superiores hasta su completa disolución. Por los resultados se estima que estas partículas de V(C,N) tienen un bajo predominio sobre el proceso de recrystalización de la austenita deformada cuando se trabaja a temperaturas superiores de los 1000 °C.

Por el contrario, los carbonitruros de Nb son más estables a altas temperaturas, comenzando a presentar un ligero aumento de la velocidad de disolución sobre los 1100 °C. La formación de las partículas de Nb son las que tendrán por tanto, un fuerte efecto sobre la cinética de crecimiento de grano, recrystalización dinámica y estática en el estado austenítico del acero M-4, así como durante su transformación. Se estima que a altas temperaturas los carbonitruros complejos estarán enriquecidos con Nb y a medida que decrece la temperatura el V será el componente dominante.

Conviene destacar que el efecto del AlN será menos significativo que el de los precipitados complejos de Nb-V que se forman en el acero microaleado, por tener una fracción de volumen inferior en dos órdenes de magnitud en relación a los destacados anteriormente, por lo que se espera que el AlN no tenga un papel importante en el control de la cinética de recrystalización en los dos aceros, sobre todo a temperaturas superiores de los 1000 °C.



### 3.2 Tamaño de grano austenítico de partida.

La evolución de la microestructura obtenida en los tratamientos de austenización o solubilización se muestra en la Figura 3.4. Este estudio se realizó con el objetivo de poder determinar el tamaño de grano de partida a diferentes temperaturas y de esta manera seleccionar los tratamientos de austenización en los ensayos termomecánicos.

En la tabla 3.2 se recogen los tamaños de granos austeníticos alcanzados a cada temperatura con sus desviaciones. Se denota que el tamaño de grano equivalente para 1150 y 1200 °C son cercanos en ambos aceros, aunque mayores en el base. Los valores de la desviación en el acero microaleado se incrementan a partir de los 1200 °C a consecuencia de que algunos precipitados no disueltos impiden el crecimiento de grano, y los que no presentan estas partículas en su límite de grano muestran un crecimiento mayor. Podemos confirmar este hecho en la figura 3.3 b), pudiendo apreciar que a estas temperaturas evaluadas existe una pequeña fracción de precipitados complejos en la matriz del acero M-4, lo que provoca un ligero pinzamiento de la frontera de grano. A temperaturas superiores de 1200 °C se localiza un crecimiento acelerado del grano, sobre todo en el acero base. En el acero microaleado cuando se alcanza los 1300 °C el tamaño aumenta tres veces en relación al obtenido a los 1200 °C, esto quiere decir que los precipitados se han disuelto completamente o la fracción de volumen de estas partículas es insuficiente para que puedan impedir el crecimiento de grano.

Comportamiento similar de crecimiento de grano al del acero M-4 lo presenta el acero microaleado al Nb-V analizado por *Mirzakhani y col.* [49]. Este analiza un acero con menor carbono y parecida microadición. Llega a determinar que a temperaturas superiores de los 1250 °C existe un salto considerable en el tamaño de grano austenítico, alcanzando a 1300 °C un tamaño de grano cinco veces superior al obtenido a 1200 °C.

Tabla 3.2: Tamaño de grano inicial en función de los tratamientos de austenización.

Aceros	Temperatura de austenización $T_A$ , °C									
	1100		1150		1200		1250		1300	
	d, $\mu m$	$\sigma$ , $\mu m$	d, $\mu m$	$\sigma$ , $\mu m$	d, $\mu m$	$\sigma$ , $\mu m$	d, $\mu m$	$\sigma$ , $\mu m$	d, $\mu m$	$\sigma$ , $\mu m$
A-4	64	16	84	23	132	30	240	48	480	62
M-4	44	12	65	14	88	16	125	32	264	52

La figura 3.5 representa la evolución del tamaño de grano inicial con la temperatura, distinguiéndose que para el acero A-4 el crecimiento ocurre de manera exponencial con el aumento de la temperatura, puesto los AlN a las temperaturas evaluadas están disueltos y no impide el crecimiento de los granos. Sin embargo para el M-4 se aprecian dos etapas de

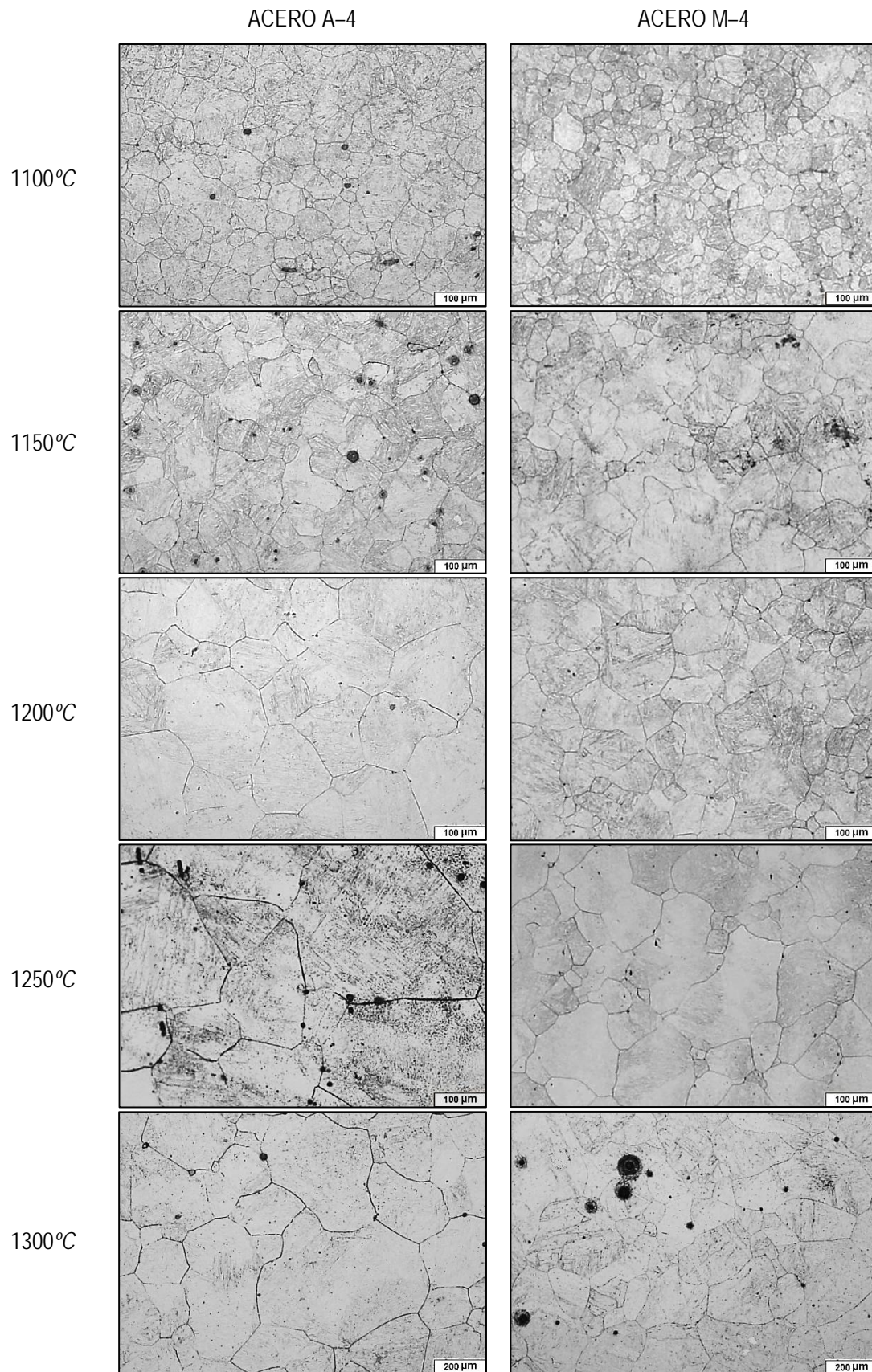


Figura 3.4: Microestructura de los tratamientos efectuados a los aceros A-4 y M-4.

crecimiento claramente diferenciadas, tal y como lo obtuvieron algunos investigadores [123–127]: la primera se produce de forma lenta y homogénea (1100 – 1200 °C), crecimiento que se asocia a la existencia de precipitados que anclan eficazmente los límites de grano, y con ello logran retardar su movimiento. Y en la segunda etapa, a temperatura superior de los 1200 °C algunos de estos precipitados se disuelven con el engrosamiento de otros reduciendo de esta manera su capacidad de anclaje y permitiendo una mayor libertad de movimiento de las fronteras de grano, lo que contribuye al rápido crecimiento del grano.

*San Martín y col.* [123] analizaron un acero microaleado al Nb con similar composición química al de este trabajo, evaluándolo a diferentes velocidades de calentamiento. Obtuvieron que el crecimiento del grano es sensible a la velocidad de calentamiento, llegando a concluir que mientras mayor sea la velocidad será más lento el crecimiento del grano, similar a lo reportado por otros autores [124–126].

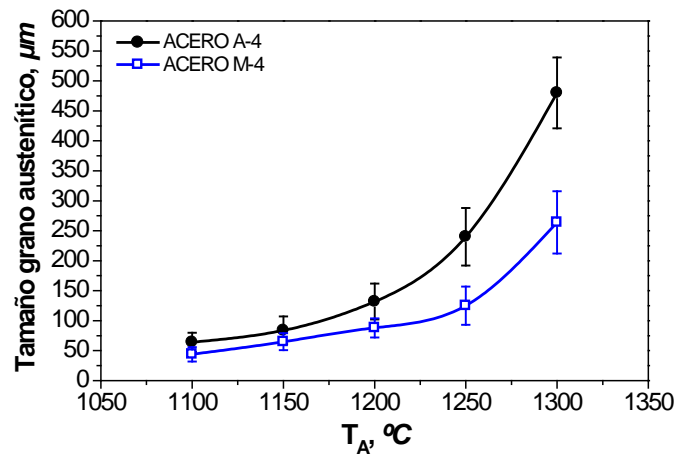


Figura 3.5: Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura para los dos aceros.

Las temperaturas de austenización con la cuales se logran alcanzar tamaños de granos próximos en los dos aceros fueron de 1100, 1150 y 1200 °C. En este caso se seleccionó 1200 °C para los tratamientos de homogeneización, de esta manera se puede garantizar que buena parte de los microaleantes están teóricamente disueltos en el acero M-4, para luego precipiten homogéneamente en la matriz durante los tratamientos termomecánicos e influyan sobre los fenómenos de ablandamiento. No obstante los resultados experimentales de tamaño de grano parecen indicar que todavía queda alguna cantidad de precipitado, en todo caso menor. Con la temperatura de austenización seleccionada se obtuvo en los aceros A-4 y M-4 un diámetro equivalente de 132  $\mu m$  y 88  $\mu m$ , respectivamente (tabla 3.2), al tener tamaños de grano de partida no muy diferentes, se supondrá que el grano austenítico no tendrá una influencia sobre los resultados alcanzados en los tratamientos termomecánicos, por lo que la diferencia del comportamiento en las curvas de fluencia y relajación estará dada por la microadición con Nb-V.

### 3.3 Ablandamientos dinámicos.

#### 3.3.1 Resultados de las curvas de fluencia. Evaluando el efecto de la microaleación con Nb–V.

Para evaluar el comportamiento de los materiales estudiados en presencia de fenómenos dinámicos (recristalización y/o restauración), se realizaron los ensayos de compresión simple hasta una deformación de 0.8, obteniendo las curvas de fluencia en un rango de temperatura entre 900 hasta 1200 °C, con incrementos de 50 °C y velocidades de deformación entre 0.001 a 10 s<sup>-1</sup>, cambiando en un orden de magnitud. Como se acaba de comentar, ambos aceros fueron austenizados hasta 1200 °C. Las curvas típicas obtenidas se recogen desde la figura 1A a la 5A del Anexo.

Como ya es conocido, el valor pico en las curvas de fluencia (tensión de pico  $\sigma_P$  y deformación de pico  $\epsilon_P$ ) se relaciona por motivos de simplificación con el comienzo de la recristalización dinámica (DRX), aunque este fenómeno se ha iniciado antes del máximo, a un valor de deformación crítica ( $\epsilon_C$ ). De entrada, se observa que los valores de  $\sigma_P$  y  $\epsilon_P$  son superiores en el acero M–4 en relación al A–4, y se presume que este comportamiento guarda una estrecha relación con el efecto soluto y el efecto precipitado en algunas condiciones, tal y como se ha reportado en bibliografía [127,128].

De forma general estos aceros tienen un comportamiento típico de materiales que recristalizan dinámicamente (DRX), aunque a altas velocidades de deformación y baja temperatura las curvas de fluencia del acero M–4 llegan a pasar a un estado estable sin picos (ver figura 3.6 a y b), en donde el mecanismo de ablandamiento predominante es el de restauración, no apreciándose un ablandamiento adicional debido a la presencia de recristalización dinámica.

Se puede apreciar en la figura 3.6 el efecto de la velocidad y la temperatura de deformación para algunas condiciones de conformado. En estos casos se observa la clásica dependencia que tiene estas dos variables con el comienzo de la recristalización dinámica, donde por regla general  $\sigma_P$  y  $\epsilon_P$  se incrementan cuando aumenta la velocidad de deformación y disminuye la temperatura.

Para el acero microaleado la presencia de la tensión de pico está bien definida en las curvas de fluencia con la ocurrencia de DRX a bajas velocidades de deformación y altas temperaturas e intermedias. Mientras que en el acero A–4 está caracterizado porque la DRX ocurre en todas las condiciones de deformación.

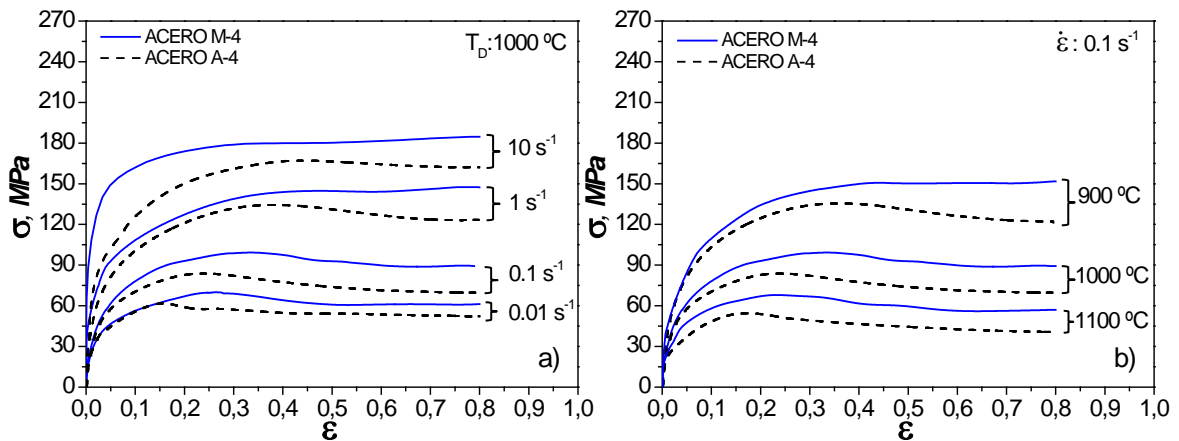


Figura 3.6: Curvas comparativas del comportamiento de fluencia: a) variando la velocidad de deformación, b) variando la temperatura de deformación.

En las tablas 3.3 y 3.4 se plasman los valores de  $\sigma_c$ ,  $\epsilon_c$ ,  $\sigma_p$ ,  $\epsilon_p$ ,  $\sigma_{ss}$  y  $\epsilon_{ss}$  obtenidos a partir de las curvas de fluencia de los dos materiales. Las tensiones y deformaciones críticas para el inicio de la recrystalización dinámica fueron determinados usando la tasa de endurecimiento ( $\theta$ ) como función de la deformación equivalente ( $\epsilon$ ), a través del método desarrollado por *Poliak y Jonas* <sup>[66,67]</sup> y explicado en la metodología experimental.

Se muestra en la tabla 3.3 los valores característicos de tensión y deformación de las curvas de fluencia obtenidos en el acero base. Particularmente son importantes los resultados de la deformación crítica y de pico, puesto que son tenidas en cuenta a la hora de analizar las deformaciones necesarias para poder lograr una recrystalización estática (SRX), o un mecanismo mixto de recrystalización estática y metadinámica (SRX + MDRX). Esta correspondencia se analizará con mayor profundidad en el epígrafe 3.4 de ablandamientos estáticos y/o metadinámicos.

Se observa en la tabla 3.3 que la relación o ratio  $\epsilon_c/\epsilon_p$  en el acero A-4 oscila entre 0.47 a 0.69, siendo el valor promedio 0.60. No se encuentra una clara correspondencia entre estos valores y los parámetros de deformación. Este resultado es semejante al brindado en otros estudios para aceros al C-Mn que presentan pequeñas microadiciones de Al u otro elementos <sup>[17,58,67,69]</sup>. *Roucoules y col.* <sup>[69]</sup> establecen que este ratio varía entre 0.6 a 0.9, y que comúnmente en aceros al C-Mn se encuentra sobre 0.8.

Ejemplos concretos y parecidos al actual trabajo es el estudio realizado por *Poliak y col.* <sup>[67]</sup> en el que obtienen un valor promedio de 0.52 en un rango muy amplio de deformaciones. Mientras que *Zhang y col.* <sup>[58]</sup> refieren que alcanza un ratio de 0.52. Aunque *Yang y col.* <sup>[17]</sup> han reportado resultados diferentes (0.83) al alcanzado en este trabajo y cercano a los reportados por *Siciliano y*

### CAPÍTULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

*Jonas* <sup>[15]</sup>. Esta amplia divergencia de resultados se puede deber a la diferencia de la composición química en los aceros estudiados así como a diferentes tamaños de grano iniciales. Se puede apreciar que un menor contenido de Mn, de casi tres veces, es el que presenta el acero de *Yang y col.* <sup>[17]</sup> en relación al de este trabajo, siendo este elemento uno que puede tener influencia sobre el comienzo de la recrystalización dinámica. Teniendo que la relación  $\sigma_C/\sigma_P$  presenta valor promedio igual a 0.88, acorde al que normalmente se reporta en literatura de aproximadamente 0.8 para aceros al C-Mn <sup>[58,67]</sup>.

Tabla 3.3: Parámetros determinados a partir de las curvas de fluencia para el acero A-4.

$T, ^\circ\text{C}$	$\dot{\epsilon}, \text{s}^{-1}$	$\sigma_C, \text{MPa}$	$\epsilon_C$	$\sigma_P, \text{MPa}$	$\epsilon_P$	$\sigma_{SS}, \text{MPa}$	$\epsilon_{SS}$	$\epsilon_C/\epsilon_P$	$\epsilon_C/\epsilon_{SS}$
900	0.001	58.18	0.10	63.65	0.15	58.84	0.21	0.66	0.48
900	0.01	77.19	0.13	85.19	0.21	77.25	0.39	0.62	0.33
900	0.1	124.50	0.20	135.21	0.33	129.76	0.52	0.61	0.38
900	1	163.32	0.24	173.99	0.42	168.93	0.65	0.57	0.37
900	10	199.82	0.33	205.60	0.49	201.51	0.69	0.67	0.48
950	0.001	45.39	0.08	51.81	0.13	47.39	0.17	0.62	0.47
950	0.01	66.00	0.12	71.71	0.18	67.99	0.26	0.67	0.46
950	0.1	104.20	0.16	116.84	0.29	109.74	0.47	0.55	0.34
950	1	138.95	0.22	150.63	0.38	143.31	0.61	0.58	0.36
950	10	177.58	0.32	184.82	0.46	181.23	0.64	0.70	0.50
1000	0.001	35.76	0.06	42.58	0.11	37.12	0.15	0.55	0.40
1000	0.01	53.69	0.09	61.87	0.16	57.85	0.22	0.56	0.41
1000	0.1	75.43	0.13	83.95	0.23	79.67	0.34	0.57	0.38
1000	1	122.40	0.21	133.79	0.34	127.77	0.57	0.62	0.37
1000	10	160.89	0.30	167.17	0.44	163.95	0.61	0.68	0.49
1050	0.001	25.39	0.05	31.09	0.09	26.97	0.13	0.56	0.38
1050	0.01	45.03	0.08	51.03	0.13	45.83	0.18	0.62	0.44
1050	0.1	57.19	0.10	66.46	0.19	61.54	0.29	0.53	0.34
1050	1	98.02	0.16	109.42	0.31	103.81	0.51	0.52	0.31
1050	10	142.33	0.29	148.13	0.42	144.68	0.57	0.69	0.50
1100	0.001	16.73	0.04	23.72	0.08	18.89	0.11	0.50	0.36
1100	0.01	37.74	0.07	44.25	0.12	39.81	0.16	0.58	0.44
1100	0.1	42.56	0.08	54.46	0.17	50.02	0.27	0.47	0.30
1100	1	80.71	0.14	93.03	0.28	87.03	0.46	0.50	0.30
1100	10	120.72	0.23	129.79	0.39	127.65	0.54	0.59	0.42



En la tabla 3.4 se muestran los mismos valores pero para el acero microaleado. En esta tabla se observa una mayor diferencia entre los valores de deformación y tensión de pico que en el acero base.

Es posible percatarse que las relaciones  $\epsilon_C/\epsilon_P$  en el acero microaleado si se tiene en cuenta todas las condiciones experimentadas es de 0.60, resultado igual a la del acero base, sin embargo cuando el material se somete a velocidades de deformaciones lentas y bajas temperaturas (i.e. 900 °C y 0.001 s<sup>-1</sup>) el ratio tiende a ser inferior que para otras condiciones, presentando en estos casos un valor promedio de 0.57. La variación de la magnitud puede ser a causa de que a bajas temperaturas y velocidades de deformación la precipitación dinámica pueda intervenir durante el ablandamiento, por lo que si se producen precipitados conforme se deforma el material son necesarias mayores deformaciones entre el comienzo de la recrystalización y el punto donde empieza a prevalecer los fenómenos de ablandamiento ( $\epsilon_P$ ).

Este resultado de igualdad de ratios bajo todas las condiciones concuerda con lo obtenido por *Zhang y col.* [58], el cual obtiene valores de 0.52 iguales para aceros al C-Mn y microaleados al Nb, mientras que *Poliak y col.* [67] presenta en su estudio ratios de 0.55 analizando aceros al Nb.

Otro de los estudios encaminados a lograr contrastar este retraso fue realizado por *Siciliano y col.* [15], en el cual obtuvieron una expresión para determinar la relación  $\epsilon_C/\epsilon_P$  que depende de la composición química del acero,  $\epsilon_C/\epsilon_P = 0.8 - 13 \text{ Nb}_{eff} + 122 \text{ Nb}_{eff}^2$ . En esta relación el  $\text{Nb}_{eff}$  representa la influencia de los elementos Nb, Mn y Si, y se correlaciona según la ecuación ( $\text{Nb}_{eff} = \text{Nb} - \text{Mn}/120 + \text{Si}/94$ ).

Mediante la ecuación teórica anterior se determinó que el ratio para el acero microaleado es igual a 0.61, valor muy similar al valor promedio obtenido en este estudio.

De los resultados alcanzados podemos apreciar que la relación promedio  $\epsilon_C/\epsilon_P$  en el acero al C-Mn y la del microaleado al Nb-V son iguales, no obstante los valores de la relación  $\epsilon_C/\epsilon_{SS}$  son menores en el acero microaleado bajo las mismas condiciones. Esto se puede deber a que los elementos Nb-V en solución sólida retrasan el inicio y amplían la zona de recrystalización dinámica, siendo superior cuando la precipitación actúa. Valores pequeños de esta relación pertenecen a mayores retrasos de la recrystalización, coincidente con lo reportado por *Poliak y col.* [67].

### CAPÍTULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

Tabla 3.4: Parámetros determinados a partir de las curvas de fluencia para el acero M-4.

$T, ^\circ\text{C}$	$\dot{\epsilon}, \text{s}^{-1}$	$\sigma_c, \text{MPa}$	$\epsilon_c$	$\sigma_p, \text{MPa}$	$\epsilon_p$	$\sigma_{ss}, \text{MPa}$	$\epsilon_{ss}$	$\epsilon_c / \epsilon_p$	$\epsilon_c / \epsilon_{ss}$
900	0.001	70.30	0.17	79.30	0.35	75.78	0.59	0.49	0.29
900	0.01	110.69	0.26	118.05	0.38	116.52	0.62	0.68	0.42
900	0.1	143.80	0.29	150.49	0.42	146.67	0.68	0.69	0.42
950	0.001	59.28	0.16	65.28	0.31	60.51	0.53	0.52	0.30
950	0.01	83.43	0.19	94.11	0.34	86.44	0.54	0.56	0.30
950	0.1	116.72	0.23	120.37	0.37	109.43	0.64	0.62	0.36
950	1	152.90	0.24	166.42	0.44	–	–	0.55	–
950	10	200.83	0.37	204.83	0.55	–	–	0.67	–
1000	0.001	43.27	0.11	49.99	0.23	45.01	0.42	0.48	0.26
1000	0.01	62.22	0.15	70.09	0.26	61.30	0.48	0.58	0.31
1000	0.1	90.73	0.17	99.25	0.33	90.17	0.59	0.52	0.29
1000	1	131.38	0.23	145.10	0.41	–	–	0.56	–
1000	10	179.51	0.34	182.79	0.52	–	–	0.65	–
1050	0.001	34.80	0.098	37.27	0.14	34.00	0.21	0.70	0.47
1050	0.01	49.82	0.109	56.18	0.19	49.60	0.44	0.57	0.24
1050	0.1	73.23	0.16	79.31	0.28	68.43	0.57	0.57	0.28
1050	1	116.42	0.20	121.24	0.38	120.51	0.74	0.53	0.27
1050	10	151.32	0.31	155.83	0.47	154.20	0.76	0.66	0.41
1100	0.001	30.75	0.088	32.32	0.13	29.22	0.17	0.68	0.52
1100	0.01	35.11	0.093	39.06	0.15	36.24	0.23	0.62	0.40
1100	0.1	62.10	0.13	68.29	0.23	58.59	0.52	0.57	0.25
1100	1	93.88	0.19	105.53	0.35	104.29	0.74	0.54	0.26
1100	10	134.32	0.30	137.89	0.45	135.24	0.75	0.67	0.40
1150	0.001	20.02	0.056	22.15	0.09	19.65	0.12	0.62	0.47
1150	0.01	27.86	0.072	30.63	0.12	25.89	0.22	0.60	0.33
1150	0.1	53.53	0.12	59.68	0.21	50.75	0.44	0.57	0.27
1150	1	84.37	0.18	94.38	0.32	90.92	0.72	0.56	0.25
1150	10	117.25	0.26	120.97	0.42	118.06	0.74	0.62	0.35
1200	0.001	17.12	0.052	18.26	0.07	16.28	0.11	0.74	0.47
1200	0.01	17.89	0.065	19.35	0.09	15.58	0.21	0.72	0.31
1200	0.1	43.68	0.11	46.97	0.16	38.01	0.36	0.69	0.31
1200	1	67.90	0.17	77.04	0.30	68.86	0.68	0.57	0.25
1200	10	103.32	0.23	107.67	0.38	99.79	0.72	0.61	0.32



### 3.3.1.1 Efecto de la velocidad de deformación sobre el comienzo de la DRX.

En la figura 3.7 se muestra la influencia de la velocidad de deformación sobre la deformación de pico de los dos aceros a diferentes temperaturas. Los valores de  $\epsilon_p$  obtenidos para el microaleado son superiores a los alcanzados en el base (figura 3.7 c, d y e). Esto quiere decir que la microadición con Nb-V permitió el retraso de la recrystalización dinámica, puesto que es necesario aplicar una mayor deformación al acero M-4 para que ocurra la DRX.

Estos resultados están en correspondencia con estudios realizados por algunos autores [58,129–131] que han observado dicho retraso adicionando microaleantes de forma individual, tales como: Nb, V y Ti. Se aprecia que en aceros sin elementos de microaleación (i.e. acero A-4) el comportamiento de las curvas  $\epsilon_p$  vs.  $\dot{\epsilon}$  presentan una tendencia exponencial como se muestra en la figura 3.7 (curva inferior). Sin embargo para los aceros microaleados la curva llega a tener una morfología diferente, dependiendo de las condiciones de deformación: temperatura y velocidad de deformación, y de los mecanismos actuantes, bien un retraso por arrastre de soluto o por precipitación.

Por el comportamiento de estas curvas se delimita en que momento puede intervenir el fenómeno de precipitación. Ejemplo claro es el mostrado en la figura 3.7 a) y b), en donde se presume que solamente el efecto soluto sea el encargado de retrasar la recrystalización del material, ya que las diferencias entre la deformaciones de pico ( $\Delta\epsilon_{so}$ ) llegan a ser similares para las velocidades de deformación estudiadas. Sin embargo, a partir de los 1000 °C hasta los 900 °C (figura 3.7 c, d y e) esta diferencia entre las deformaciones para que inicie la DRX se hace acusada, incrementándose en mayor orden a inferiores velocidades de deformación (i.e. 0.1, 0.01 y 0.001 s<sup>-1</sup>).

Esta tendencia al incremento extra de la deformación se atribuye al fenómeno de precipitación dinámica ( $\Delta\epsilon_{pr}$ ), que reforzado al efecto soluto ( $\Delta\epsilon_{so}$ ) incide en mayor medida sobre el retraso de la recrystalización dinámica. Las temperaturas en que se observa este efecto marcado, se corresponden a las temperaturas en donde coexiste una mayor fracción de precipitados complejos de NbV(C, N) y en el rango donde son más estables (figura 3.3 b).

Los cálculos teóricos de fracción de volumen (figura 3.3 b) demuestran que a temperaturas inferiores de 1050 °C se pueden formar precipitados complejos durante la deformación en estado austenítico, siendo corroborado este hecho sobre todo a velocidades de deformación menores e iguales 0.1 s<sup>-1</sup>. Esto quiere decir que bajo las condiciones antes mencionadas las curvas de fluencia del acero microaleado estarán afectadas por la precipitación dinámica.

### CAPÍTULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

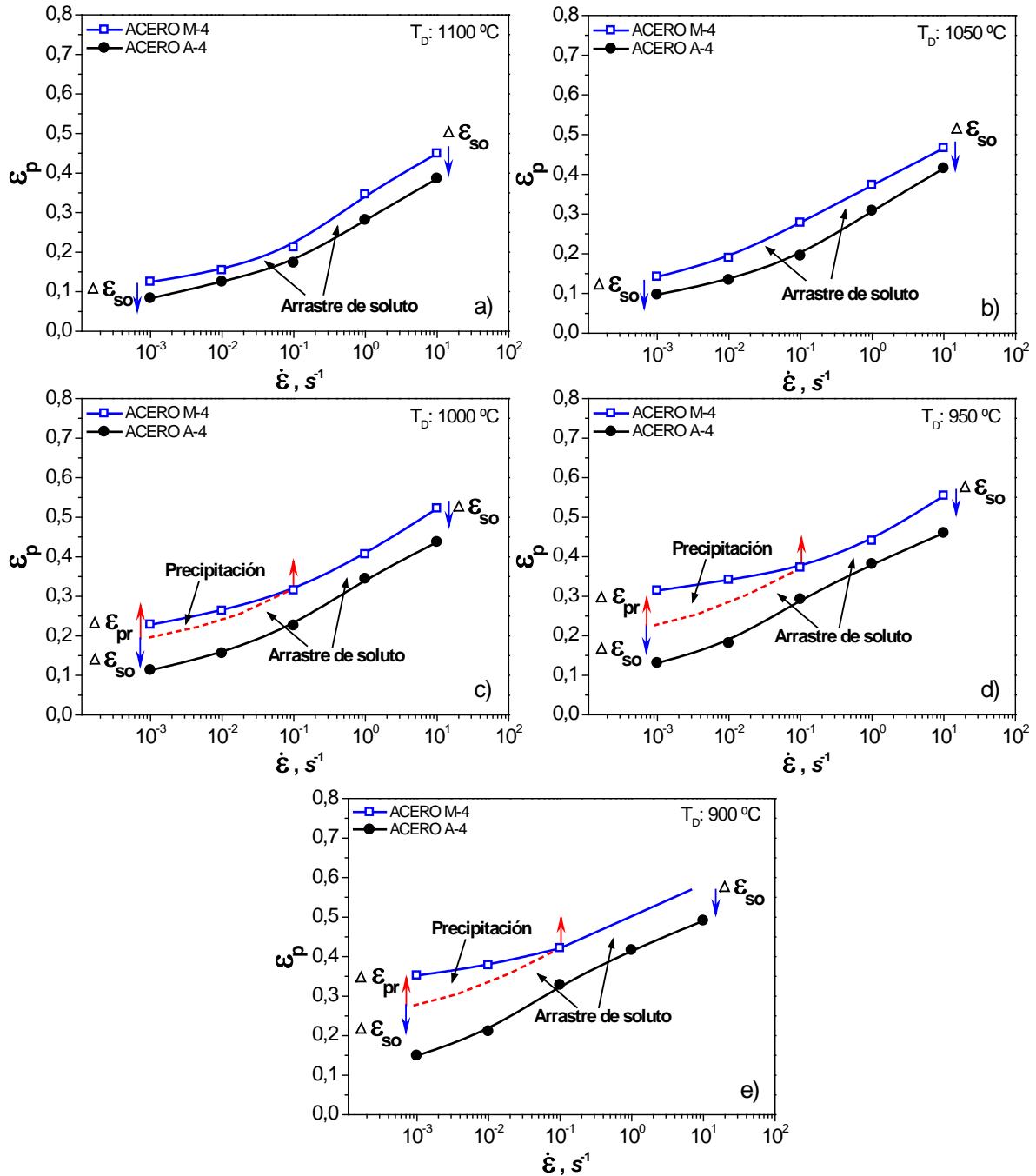


Figura 3.7: Efecto de los precipitados y soluto en la deformación de pico: a)  $T_D = 1100$  °C, b)  $T_D = 1050$  °C, c)  $T_D = 1000$  °C, d)  $T_D = 950$  °C, e)  $T_D = 900$  °C.

Queda demostrado que la adición de los elementos Nb–V en solución sólida incrementa la deformación de pico y llega a retrasar la recrystalización dinámica por el efecto arrastre de soluto, aumentando esta diferencia cuando los elementos precipitan. El efecto de arrastre de soluto se hace marcado a velocidades de deformación altas, donde no es posible la formación de precipitados por el corto tiempo transcurrido durante la deformación. Mientras que la ocurrencia de

la precipitación será favorecida a velocidades menores, por el elevado tiempo de duración del proceso de deformación.

### 3.3.1.2 Efecto de la temperatura sobre el comienzo de la DRX.

La figura 3.8 muestra la dependencia del inicio de la recrystalización dinámica ( $\epsilon_p$ ) con la temperatura. Se empieza a observar un cambio del mecanismo para el acero M-4 a una temperatura aproximada de 1050 °C, temperatura que coincide con la temperatura de no recrystalización ( $T_{nr}$ ) calculada mediante la expresión 3.2 propuesta por *Maccagno y col.* [132], brindando un valor aproximado de 1049 °C. El valor de  $T_{nr}$  se corresponde con la temperatura por debajo de la cual la recrystalización comienza a ser inhibida por la formación de precipitados y su valor indica si al final de la laminación se alcanza una microestructura recrystalizada o deformada.

$$T_{nr} = 887 + 464C + 890Ti + 363Al - 357Si + 6445Nb - 644(Nb)^{1/2} + 732V - 230(V)^{1/2} \quad (3.2)$$

En la ecuación anterior la composición química de los elementos es en % en peso. A temperaturas superiores de 1050 °C se presume que el mecanismo que controla el proceso de recrystalización es el arrastre de soluto, mientras que a temperaturas inferiores además influye la precipitación de los nitruros, carburos, carbonitruros de Nb y V [118]. Esto se comprueba por el comportamiento presentado por el acero sin microalea, donde su tendencia lineal es similar a la mostrada por el acero microaleado a altas temperaturas.

La diferencia observada ( $\Delta\epsilon_{so}$ ) en la Zona I entre los valores de deformación de pico de ambos aceros, se debe a la influencia que tiene los elementos microaleantes en solución sólida sobre el retraso de la recrystalización dinámica. Este efecto será la principal causa del retraso de la recrystalización, pero no se debe descartar la influencia de precipitados formados aisladamente durante la deformación a temperaturas próximas a la de formación de precipitados en equilibrio. Estos precipitados aunque no presenten una incidencia significativa podrían influir en el proceso de ablandamiento dinámico del acero microaleado.

Existe un incremento de la pendiente en la Zona II a consecuencia de la influencia que tiene los precipitados en la matriz conforme se deforma ( $\Delta\epsilon_{pr}$ ), efecto que llega a retrasar en mayor orden el inicio de la recrystalización dinámica y de su cinética, como se verá más adelante. La tendencia lineal del acero base (A-4) con el aumento de la temperatura, se debe a que no presenta precipitación de partículas de segunda fase durante la deformación o éstos no presentan una fracción de volumen capaz de influir sobre este fenómeno (figura 3.3 a), por lo que se atribuye a

que el valor pico del acero A-4 esté influenciado por el efecto soluto de los elementos que componen la matriz.

Como se ha explicado a bajas velocidades de deformación y bajas temperaturas es que se corresponde el retraso de la recrystalización dinámica por el efecto precipitado en el acero microaleado, no obstante también influye los elementos en solución que no han pasado a formar compuestos de segunda fase. Las condiciones en donde se observa este resultado, es a velocidades de deformación menores o iguales de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  (figuras 3.8 a, b y c) y a temperaturas inferiores de los  $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , punto de inflexión de todas las curvas que se corresponde con la temperatura de no recrystalización ( $T_{nr}$ ).

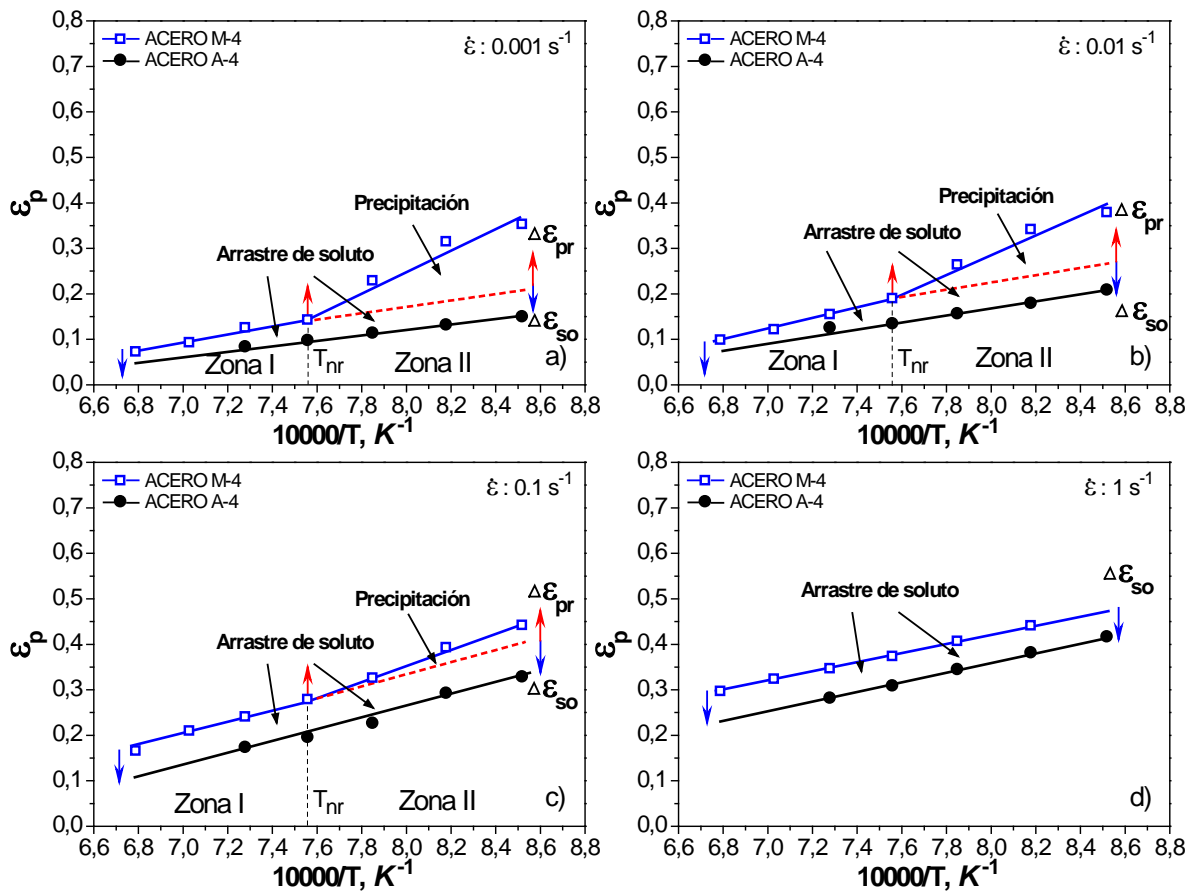


Figura 3.8: Deformación de pico en función del inverso de la temperatura absoluta: a)  $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$ ,

b)  $\dot{\epsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$ , c)  $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ , d)  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .

Aunque a la velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  la influencia de la precipitación sobre la recrystalización es menos evidente, puesto que la pendiente a partir de los  $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$  hacia mayores temperaturas es menor. Esto quiere decir que por debajo de los  $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$  empieza a ser más efectivo el retraso de la recrystalización dinámica a consecuencia de la precipitación dinámica. Esta

temperatura corresponde a la de mayor fracción de volumen de los precipitados y el punto donde empieza a ser más estable la formación de estas partículas (figura 3.3 b). A mayores velocidades de deformación (i.e.  $1 \text{ s}^{-1}$ ), se presume que el único fenómeno que logra retrasar la DRX es el efecto soluto, ya que la pendiente no cambia con la variación de la temperatura.

Resultados similares al descrito en este trabajo lo obtuvieron *Elwazsri y col.* <sup>[129]</sup>, tras analizar tres niveles de microaleación con V partiendo de un acero al carbono, en donde se reflejaba el cambio de pendiente a la temperatura de solubilización de los precipitados. Estos observaron un comportamiento constante del acero base en todo el rango, con la inexistencia de una temperatura de transición como mismo sucede en el acero A-4 analizado.

### 3.3.1.3 Tamaño de grano recristalizado dinámicamente.

En este apartado se establece el comportamiento de la microestructura recristalizada dinámicamente para ambos aceros. Los tamaños de grano fueron revelados una vez se alcanza el estado estable en las curvas de fluencia bajo el mismo procedimiento empleado en revelar los tamaños de granos austeníticos iniciales. En la figura 3.9 a manera de ejemplo se muestran algunas de las micrografías obtenidas en los aceros para dos condiciones de conformado, pudiendo establecer que los tamaños de granos son menores en el acero microaleado en relación al de partida. En el anexo se muestran para todas las condiciones ensayadas las microestructuras reveladas (ver figuras 6A hasta la 11A).

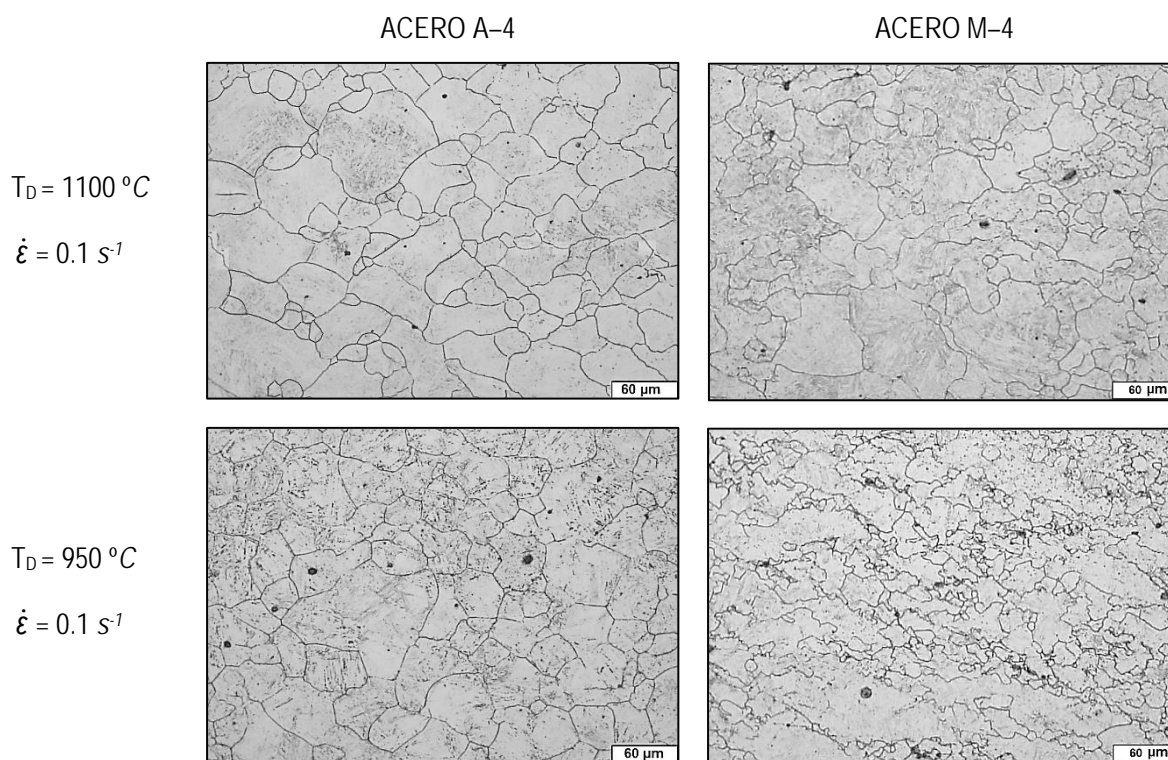


Figura 3.9: Micrografías del grano austenítico total o parcialmente recristalizado dinámicamente: a) acero A-4, b) acero M-4.

En las tablas 3.5 y 3.6 se recogen de forma simplificada el comportamiento de las microestructuras austeníticas en estado estable alcanzadas al ser deformadas hasta una deformación equivalente de 0.8 y verificadas mediante micrografías. Es evidente que para el acero A-4 en todos los casos el grano austenítico resultante ha recristalizado completa o parcialmente. A velocidades de deformación superiores (i.e. 1 y 10 s<sup>-1</sup>) y una temperatura de 900 °C la microestructura se encuentra parcialmente recristalizada, como lo refleja la tabla 3.5.

Tabla 3.5: Comportamiento de la microestructura según parámetros del proceso acero A-4.

$\dot{\epsilon}$ , $s^{-1}$	$T_D$ , °C				
	1100	1050	1000	950	900
0.001	●	●	●	●	●
0.01	●	●	●	●	●
0.1	●	●	●	●	●
1	●	●	●	●	◐
10	●	●	●	●	◐

Simbología: ● DRX ◐ DRX parcial ○ DRV

Para el caso del acero M-4 no solamente actúa el mecanismo de ablandamiento mediante recristalización (ver tabla 3.6), sino que también está presente el de restauración a mayores velocidades de deformación (i.e. 0.1, 1 y 10  $s^{-1}$ ) y menor temperatura (i.e. 900 °C). Bajo otras condiciones, la microestructura se encuentra completa o parcialmente recristalizada como se especifica en la tabla 3.6.

Tabla 3.6: Comportamiento de la microestructura según parámetros del proceso acero M-4.

$\dot{\epsilon}$ , $s^{-1}$	$T_D$ , °C						
	1200	1150	1100	1050	1000	950	900
0.001	●	●	●	●	●	●	●
0.01	●	●	●	●	●	●	◐
0.1	●	●	●	●	●	◐	○
1	●	●	●	●	●	◐	○
10	●	●	●	●	●	◐	○

Simbología: ● DRX ◐ DRX parcial ○ DRV

El comportamiento del tamaño de grano dinámicamente recristalizado en función de la temperatura y velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4 se muestran en la figura 3.10. En ambos casos el grano tiende a disminuir cuando aumenta la velocidad de deformación, de igual modo cuando decrece la temperatura a una misma velocidad de deformación. Aunque el comportamiento del acero A-4 tenga cierta semejanza al microaleado, su tamaño de grano es mayor en todos los casos. Esto quiere decir que en el acero microaleado existe un alto refinamiento del grano bajo todas las condiciones de deformación, existiendo una diferencia superior entre los granos cuando la precipitación dinámica interviene en el proceso de DRX. La tendencia mostrada en el acero M-4 guarda cierta correspondencia con la obtenida por *Al Omar y col.* <sup>[128]</sup> en estudios realizados para aceros microaleados con contenido medio de carbono.

Al Omar y col. <sup>[128]</sup> observaron el mismo comportamiento, llegando a correlacionar la dependencia entre el tamaño de grano dinámicamente recrystalizado con el parámetro de Zener–Hollomon. En esta investigación obtuvieron que el crecimiento de grano ocurre a baja velocidad de deformación y altas temperaturas, pero un mayor afino es conseguido a altos valores de velocidad de deformación y bajas temperaturas.

Esta característica es observada en la figura 3.10, en la cual para una misma velocidad de deformación, disminuyendo la temperatura se consigue granos pequeños. Mientras que si se trabaja a igual temperatura, se deberá de alcanzar mayores velocidades de deformación para obtener semejante resultado.

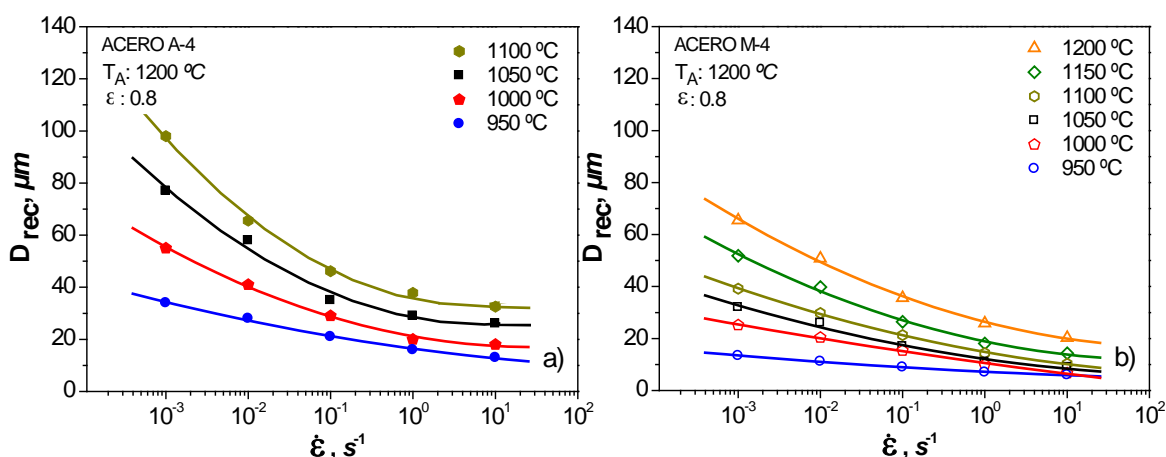


Figura 3.10: Evolución del tamaño de grano dinámicamente recrystalizado: a) acero A-4, b) acero M-4.

En el capítulo 4 se correlacionan todas las variables explicadas con anterioridad, construyendo para ello las ecuaciones constitutivas que describen el comportamiento de los fenómenos dinámicos existentes en ambos aceros, así como la dependencia del tamaño de grano final con el parámetro  $Z$  que resume esta última parte.



### 3.4 Ablandamientos estáticos y/o metadinámicos.

Como se explica en la metodología experimental, para determinar la cinética de ablandamiento estático y/o metadinámico de los dos materiales analizados, se emplea el método de relajación de tensiones en conjunto con la técnica desarrollada por *Karjalainen* [63]. Entre las figuras 12A – 31A del Anexo son recogidos los resultados experimentales para las diferentes condiciones de conformado establecidas.

En la figura 3.11 se muestran algunas curvas de relajación, pudiendo comprobarse que a todas las temperaturas se encuentran las tres regiones referenciadas por *Karjalainen* [63]. La primera región, en donde decrece la tensión a una velocidad constante, corresponde al proceso de recuperación del material [63]. Sigue una segunda en la que el ablandamiento ocurre a una mayor velocidad figura 3.11 a), característico del proceso de ablandamiento principal (recristalización estática y/o metadinámica). En el caso del acero microaleado este fenómeno se retrasa por la influencia del soluto y de la precipitación inducida por la deformación, o bien se inhibe como indican las mesetas observadas en la figura 3.11 b). Los valores de tensión en la curva de relajación son superiores en el acero microaleado por la misma influencia del arrastre de soluto, o por la precipitación. La tercera región presenta una baja velocidad de relajación y pertenece al final del ablandamiento de la austenita, bien por creep, bien por crecimiento del grano [63].

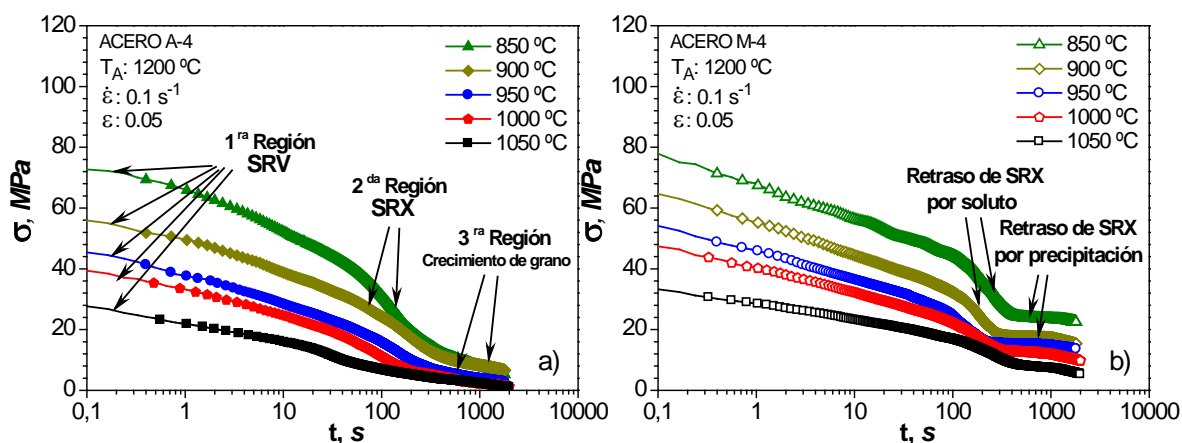


Figura 3.11: Curvas de relajación de los aceros en estudio: a) acero A-4, b) acero M-4.

Tal y como se explica en el epígrafe 2.4.3, la fracción de ablandamiento del material en función del tiempo se determina mediante la ecuación 2.1, empleando los términos obtenidos en los ajustes realizados en la primera y tercera parte de las curvas como se muestra en la figura 2.14. La cinética de ablandamiento arroja una curva típica en forma sigmoidal que obedece la Ley de

Avrami en el acero A-4 para todos los ensayos (figuras 12A – 21A del Anexo). Mientras que en el M-4, para la mayoría de las condiciones de conformado esta configuración sigmoidal se verá afectada por la precipitación, apareciendo mesetas que representan el frenado momentáneo del ablandamiento estático y/o metadinámico (ver figuras 22A – 31A del Anexo). En la figura 3.12 se muestran algunos ejemplos del comportamiento de las fracciones de ablandamiento obtenidas en ambos aceros con la variación de la temperatura, velocidad de deformación y deformación.

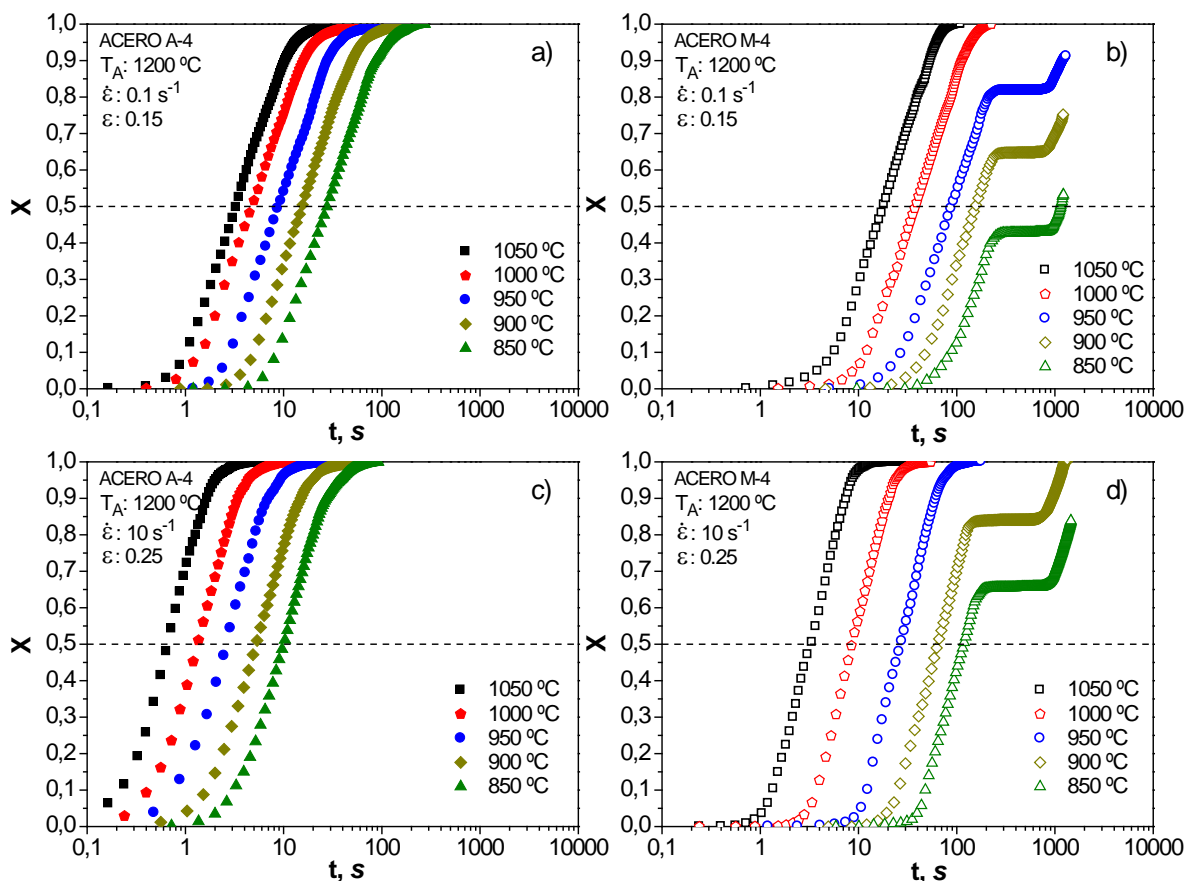


Figura 3.12: Ejemplos de fracción ablandada en función del tiempo para los aceros en estudio.

En la tabla 3.7 se recogen los resultados de los tiempos para el 5, 50 y 95 % de ablandamiento obtenidos mediante las fracciones recrystalizadas, destacándose cuando actúan los fenómenos de SRX y/o MDRX. Además se indica el tiempo ( $t_{0.5}$ ) en el acero microaleado hasta las condiciones en que interviene el efecto soluto y el posible efecto de algunas partículas precipitadas, sin embargo no son presentados los valores si ocurre la meseta de precipitación antes de una fracción ablandada del 50 %.

Tabla 3.7: Tiempos de recrystalización estática y/o metadinámica para los aceros analizados a diferentes condiciones de conformado.

	1050 °C			1000 °C			950 °C			900 °C			850 °C		
	$t_{0.05}$	$t_{0.5}$	$t_{0.95}$	$t_{0.05}$	$t_{0.5}$	$t_{0.95}$	$t_{0.05}$	$t_{0.5}$	$t_{0.95}$	$t_{0.05}$	$t_{0.5}$	$t_{0.95}$	$t_{0.05}$	$t_{0.5}$	$t_{0.95}$
0.1 s <sup>-1</sup>															
0.05 (A-4)	6.40	28.80	109.92	9.76	43.84	178.88	16.08	68.52	280.21	25.56	115.68	462.75	39.72	170.41	689.69
0.05 (M-4)	21.76	87.36	362.25	28.64	108.64	1721.84	42.88	166.41	—	64.32	272.29	—	136.00	—	—
0.15 (A-4)	<b>0.80</b>	<b>3.36</b>	<b>13.52</b>	<b>1.04</b>	<b>4.80</b>	<b>20.70</b>	2.30	9.00	38.20	3.90	15.40	64.00	6.84	27.72	113.52
0.15 (M-4)	3.96	18.00	63.00	8.80	38.10	138.11	20.20	89.20	—	36.20	155.11	—	64.40	<b>1143.19</b>	—
0.25 (A-4)	<b>0.32</b>	<b>1.20</b>	<b>4.80</b>	<b>0.40</b>	<b>1.68</b>	<b>6.40</b>	<b>0.64</b>	<b>2.32</b>	<b>9.76</b>	<b>0.96</b>	<b>3.52</b>	<b>13.68</b>	<b>1.52</b>	<b>5.60</b>	<b>22.50</b>
0.25 (M-4)	<b>2.88</b>	<b>16.80</b>	<b>61.20</b>	<b>5.60</b>	<b>30.24</b>	<b>113.92</b>	<b>9.84</b>	<b>55.20</b>	<b>819.17</b>	<b>20.00</b>	<b>103.80</b>	—	38.28	190.57	—
1 s <sup>-1</sup>															
0.05 (A-4)	4.10	17.40	64.50	6.70	28.80	108.00	11.40	49.20	182.91	19.40	81.10	316.92	28.56	124.08	483.87
0.05 (M-4)	23.04	80.48	293.77	29.44	102.40	1593.35	40.32	143.05	—	57.96	207.49	—	138.00	—	—
0.15 (A-4)	0.56	2.24	8.24	1.04	3.68	13.52	1.76	6.16	24.16	2.80	10.40	41.04	4.68	16.68	71.64
0.15 (M-4)	4.00	14.88	44.80	9.76	32.48	99.84	21.00	73.92	1417.17	36.84	134.88	—	65.88	<b>1122.43</b>	—
0.25 (A-4)	<b>0.16</b>	<b>0.64</b>	<b>2.24</b>	<b>0.32</b>	<b>1.12</b>	<b>4.10</b>	<b>0.56</b>	<b>2.16</b>	<b>7.92</b>	1.60	6.08	20.80	2.64	10.80	39.20
0.25 (M-4)	<b>3.20</b>	<b>11.04</b>	<b>32.64</b>	<b>5.92</b>	<b>18.88</b>	<b>61.92</b>	<b>10.68</b>	<b>35.76</b>	<b>113.62</b>	20.40	71.16	1261.64	42.24	144.12	—
10 s <sup>-1</sup>															
0.05 (A-4)	2.72	10.48	34.16	4.64	18.00	65.68	8.16	32.96	130.89	14.32	56.08	242.34	23.76	97.20	380.03
0.05 (M-4)	23.68	76.48	268.49	29.76	96.00	1517.83	38.42	125.05	—	55.84	188.57	—	116.33	—	—
0.15 (A-4)	0.40	1.44	4.32	0.64	2.48	8.72	1.20	4.72	16.32	2.32	8.80	29.28	3.72	15.24	50.76
0.15 (M-4)	2.88	8.64	26.08	5.92	18.24	60.32	21.72	62.64	1192.87	37.44	116.64	—	64.08	190.69	—
0.25 (A-4)	0.16	0.64	2.00	0.32	1.28	4.32	0.56	2.64	9.36	1.12	5.28	19.44	2.32	10.08	37.76
0.25 (M-4)	1.20	3.36	8.64	3.04	8.64	23.36	10.80	27.36	72.96	20.76	64.08	1101.19	42.48	117.84	—

**Simbología:**

☐ Recrystalización estática (SRX)

☐ Recrystalización estática + metadinámica (SRX + MDRX)

En la figura 3.13 se observa la dependencia del tiempo para el 50 % de ablandamiento frente a las deformaciones aplicadas (i.e. 0.05, 0.15, 0.25). Esta gráfica se construyó con los tiempos experimentales determinados para las deformaciones equivalentes del 0.05, 0.15 y 0.25.

Los casos supuestos son los tiempos cuando las deformaciones son iguales a  $\epsilon_C$ ,  $\epsilon_P$  y  $\epsilon_T$ . A partir de esta última deformación varios autores [47,61,64,134] han comprobado que el  $t_{0.5}$  para una recristalización metadinámica no se ve afectada por la deformación aplicada, y que ésta solamente depende de la velocidad de deformación y la temperatura, manteniéndose prácticamente constante el tiempo con el incremento de la deformación a partir de la deformación  $\epsilon_T$ . Para construir estos gráficos se asume el valor de  $\epsilon_T$  igual a 1.5 veces la deformación de pico, relación comprobada por *Uranga y col.* [134] analizando un acero microaleado al Nb. Los demás datos de deformación son tomados de los resultados de los ensayos de compresión simple.

En la figura 3.13 se distinguen tres zonas. En la primera ocurre recristalización estática cuando la deformación aplicada es menor a la deformación crítica para que se produzca la recristalización dinámica ( $\epsilon_{SRX} < \epsilon_C$ ), aunque este valor no debe ser muy bajo puesto que en el material solamente ocurriría restauración. Si se aplica deformaciones superiores a la crítica hasta una deformación  $\epsilon_T$  pueden existir simultáneamente SRX y MDRX ( $\epsilon_C \leq \epsilon_{SRX+MDRX} < \epsilon_T$ ), pero sólo actuará MDRX cuando la deformación presenta valores superiores a  $\epsilon_T$ .

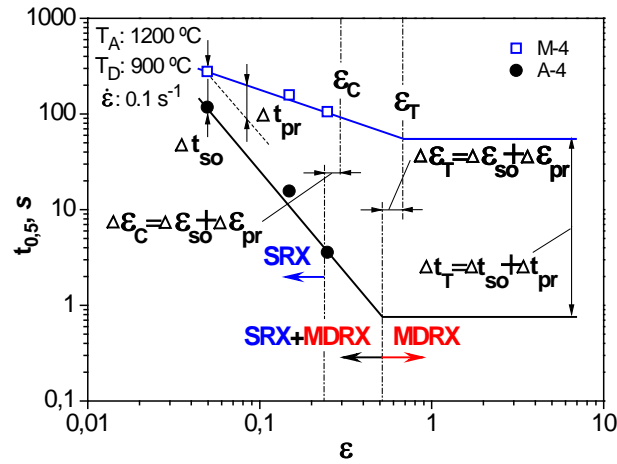


Figura 3.13: Efecto del tiempo  $t_{0.5}$  con la deformación aplicada para los aceros en estudio.

En la figura 3.13 se aprecia que es notable la diferencia del  $t_{0.5}$  entre los dos aceros, tiempo que es mayor en todas las condiciones para el microaleado. Este gradiente de tiempo ( $\Delta t_T$ ) entre los dos aceros se debe al efecto de arrastre de soluto ( $\Delta t_{so}$ ) a deformaciones pequeñas (i.e. 0.05). Si se aumenta la deformación esta diferencia se incrementa paulatinamente. A mayores deformaciones de partida (i.e. 0.15 y 0.25) se establece que el tiempo ( $\Delta t_{pr}$ ) se extiende por el efecto de

pinzamiento que pueda tener algunos precipitados formados en la matriz, sumado al arrastre de soluto ( $\Delta t_{so}$ ).

También se distingue que la deformación crítica para que ocurra MDRX es mayor en el acero microaleado que en el acero sin microalea. Similar comportamiento lo presenta la deformación crítica en donde comienza SRX + MDRX. Este incremento de las deformaciones se debe al efecto del arrastre de soluto ( $\Delta \epsilon_{so}$ ) y precipitado ( $\Delta \epsilon_{pr}$ ), la mayor diferencia se presenta cuando la deformación que actúa es igual a  $\epsilon_T$ . Este aumento del efecto precipitado se debe al crecimiento de los defectos internos por la mayor deformación aplicada, lo que trae consigo un creciente número de posibles lugares de nucleación y por ende al incremento de los precipitados.

La figura 3.14 muestra comparativamente los efectos que tienen la temperatura y velocidad de deformación sobre el comportamiento de los tiempos  $t_{0.5}$  con la variación de la deformación aplicada. En las condiciones experimentales efectuadas en el actual trabajo se observa que no existe una deformación que supere el valor de  $\epsilon_T$  para que exista MDRX, esto conlleva a que actúe como ablandamiento un mecanismo mixto de SRX + MDRX cuando estamos en el rango ( $\epsilon_C \leq \epsilon_{SRX+MDRX} < \epsilon_T$ ) y SRX con valores menores a  $\epsilon_C$ .

En todas las gráficas de la figura 3.14 se distingue una conducta estable para el acero de partida (A-4). Esto quiere decir que no existe un cambio brusco de la pendiente durante el ablandamiento hasta lograr una deformación equivalente igual a  $\epsilon_T$  cuando disminuye la temperatura de deformación, al igual que con un incremento de la velocidad de deformación.

Sin embargo, la correspondencia en el acero microaleado es bien distinta cuando variamos la temperatura y la velocidad de deformación. Por ejemplo, se puede observar en la figura 3.14 b) que a una temperatura de ensayo de 1050 °C y velocidad de deformación igual a 10 s<sup>-1</sup> la pendiente obtenida durante el ablandamiento es similar que la presente en el acero A-4. Pero si disminuye este parámetro hasta 0.1 s<sup>-1</sup> su pendiente es menor (figura 3.14 a), lo que demuestra que se ralentiza aún más el proceso de ablandamiento. Este cambio de pendiente a una velocidad de deformación pequeña (i.e. 0.1 s<sup>-1</sup>) indica que durante el ablandamiento del material M-4 puedan actuar algunos precipitados, elementos que logran restringir el proceso de ablandamiento. Esta característica se obtiene por ser más lenta la recrystalización, lo que brinda la posibilidad de que se creen precipitados aislados nucleados de forma heterogénea en la matriz del acero. Cuando disminuye la temperatura de ensayo el fenómeno se hace más evidente, puesto que la diferencia existente entre los tiempos de recrystalización son mayores debido a que una mayor fracción de precipitados pueden formarse y con mayor estabilidad. La dependencia observada a una velocidad de deformación de 1 s<sup>-1</sup>, es intermedia a las dos anteriores.

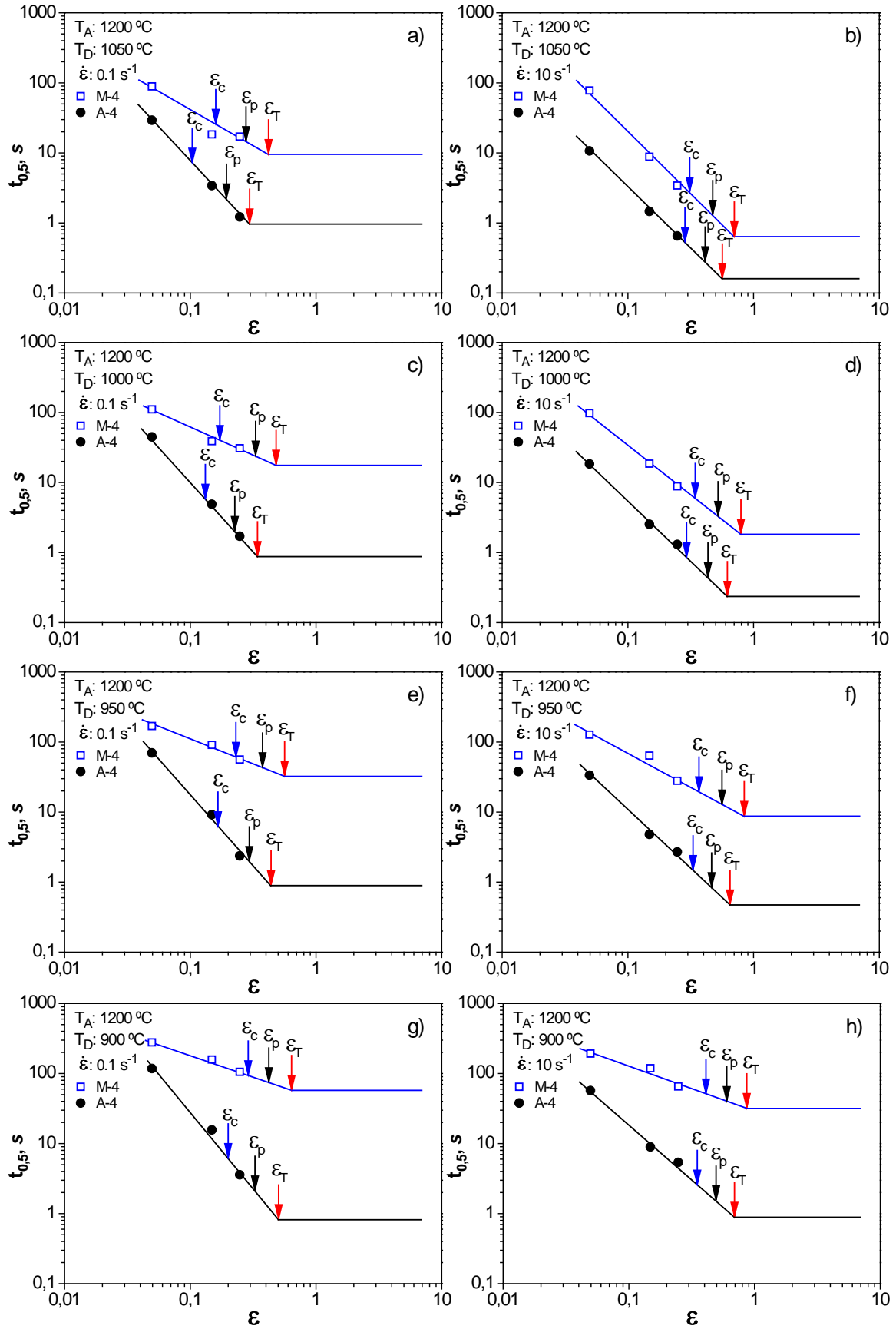


Figura 3.14: Efecto de  $t_{0,5}$  con la deformación, temperatura y velocidad de deformación en los dos aceros.

Del mismo modo se denota en las figura 3.14 d), f) y h) que aunque exista una velocidad de deformación elevada (i.e.  $10 \text{ s}^{-1}$ ) ofrece cambios de pendientes semejantes a las presentadas a velocidad inferior (i.e.  $0.1 \text{ s}^{-1}$ ), claro indicativo de que además de presentar arrastre de soluto durante el ablandamiento este efecto ralentizado se puede reforzar con la precipitación de algunas partículas. La influencia de los precipitados se aprecia con mayor claridad cuando analizamos las fracciones precipitadas (figura 3.3 b). En ella se distingue que a partir de los  $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$  hasta temperaturas inferiores la fracción de volumen de precipitados es más estable que a temperatura superiores de la nombrada. Claro está que la precipitación actuante en los tiempos  $t_{0.5}$  analizados no llegarán a formar una meseta como la presentada un tiempo posterior, pero si ayuda a retrasar los tiempos de recrystalización, sobre todo a temperaturas inferiores de los  $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Los resultados explicados concuerdan con los obtenidos por *Beladi y col.* [64] estudiando la cinética de ablandamiento estático en varios aceros microaleados al Nb. Estos autores obtienen un cambio de pendiente a temperaturas inferiores a la temperatura de no recrystalización, y confieren este comportamiento a la formación de Nb(C,N). Este cambio de pendiente es más evidente cuando el carbono aumenta, posibilitando una mayor fuerza de pinzamiento por la elevada formación de precipitados.

Es evidente que un incremento de la deformación en el acero sin elementos microaleantes (A-4) llega a acelerar los tiempos de recrystalización, al igual que el aumento de la temperatura y velocidades de deformación. Sin embargo estos parámetros en el acero microaleado tienen menor influencia que en el base, comportamiento explicado anteriormente. La influencia de cada parámetro se explicará más adelante en dependencia de los fenómenos existentes, si ocurre SRX o un mecanismo mixto de SRX + MDRX.

### 3.4.1 Cinética de recrystalización estática (SRX).

Bajo todas las condiciones se determinó el exponente de Avrami ( $n$ ), usando los gráficos del  $\log [\ln(1/1-X)]$  vs.  $t(\text{s})$ , siendo  $n$  la pendiente de la curva. Por lo general, estos resultados experimentales se ajustan linealmente en el acero A-4 (figura 3.15 a). Mientras que en el caso del microaleado el ajuste se establece en la primera parte de la curva, hasta que comienza la precipitación inducida por la deformación, que afecta la cinética de ablandamiento (figura 3.15 b). Luego del proceso de precipitación, el material sigue recrystalizando hasta alcanzar una fracción de ablandamiento, que en algunos casos llega a ser del 100 % como el logrado en el acero de partida, con clara posibilidad de alcanzar menores tamaños de grano.

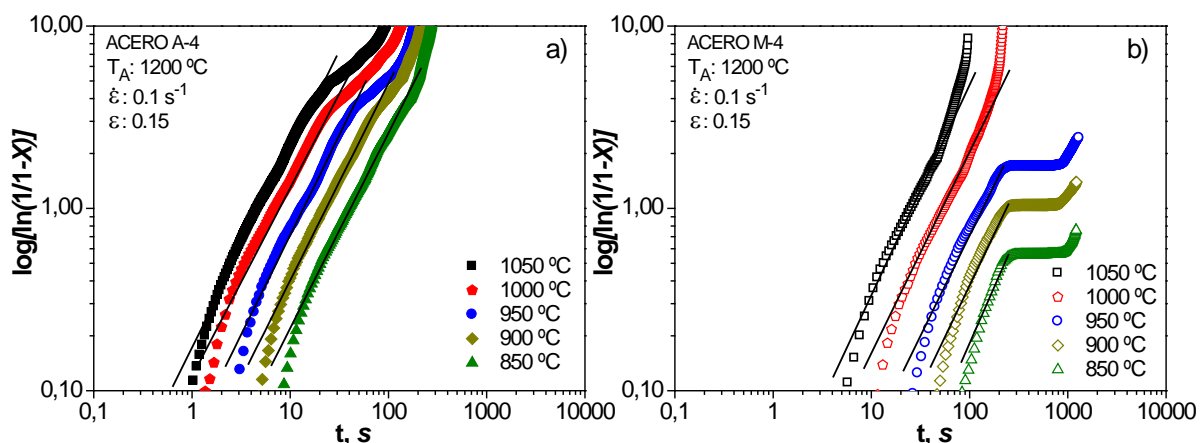


Figura 3.15: Exponente de Avrami para los dos aceros estudiados.

Un resultado similar al acero M-4 es alcanzado por *Medina y col.* [59], en el que analizan la cinética de SRX en aceros microaleados con Nb, V y Mo de forma individual. Llegan a determinar mediante el método de doble deformación, que la cinética descrita a las temperaturas donde ocurre la precipitación es semejante en sus inicios con la obtenida a mayores, hasta que empieza la meseta de precipitación. Posteriormente, cuando los precipitados no son capaces de evitar que el material siga ablandando, la cinética sigue su curso hasta ablandar parcial o totalmente el material.

La ecuación de Avrami asume que la velocidad de nucleación  $n$  es constante y no depende de la temperatura [47], aunque otros autores llegan a obtener ligeras variaciones de este parámetro con la temperatura [53,57,59,135]. Estos investigadores han demostrado que  $n$  debe variar entre 1 y 4, dependiendo del lugar de nucleación, y si se ha alcanzado la saturación en el lugar de nucleación. De acuerdo con esta teoría se espera un valor de 1 cuando la nucleación tiene lugar en el límite de grano, para nucleación en arista presenta un valor de 2 y para vértices de grano es igual a 3.

En las tablas 3.8 y 3.9 se recogen los valores del exponente de Avrami determinados para las condiciones donde actúan la SRX y el mecanismo mixto SRX + MDRX, los ajustes efectuados bajo todos los ensayos se muestran en las figuras 21A y 31A del Anexo. Se puede observar el comportamiento de este parámetro con la variación de la temperatura, deformación y velocidad de deformación, cuestión que se analiza más adelante. De forma general, para ambos aceros este parámetro varía dentro de los valores planteados de nucleación en el límite de grano.

Los cálculos realizados arrojan que el exponente de Avrami durante SRX para ambos aceros es igual a 1.1, como valor promedio (ver tablas 3.8 y 3.9), lo que indica que la nucleación en los dos casos estudiados es producida en el límite de grano. Este resultado se localiza cerca del rango reportado por diferentes autores [47,56,58,60,63,136–142], en el que especifican que para aceros al C-Mn



### CAPÍTULO 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

se encuentra entre 1.5 – 2 y para aceros microaleados al Nb, V, Ti, Nb-Ti, V-Ti y Nb-V-Ti se adopta un valor de 1.7 [47,56,58,60,63,136–142].


Tabla 3.8: Exponente de Avrami para el acero A-4.

0.1 s <sup>-1</sup>	1050 °C	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C	PROMEDIO	PROMEDIO
	n	n	n	n	n	n <sub>SRX</sub>	n <sub>SRX+DRX</sub>
0.05	1.13	1.12	1.10	1.10	1.08	1.11	—
0.15	<b>1.14</b>	<b>1.12</b>	1.11	1.10	1.08	1.10	<b>1.13</b>
0.25	<b>1.15</b>	<b>1.14</b>	<b>1.12</b>	<b>1.11</b>	<b>1.11</b>	—	<b>1.13</b>
1 s <sup>-1</sup>	1050 °C	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C	PROMEDIO	PROMEDIO
	n	n	n	n	n	n <sub>SRX</sub>	n <sub>SRX+DRX</sub>
0.05	1.14	1.14	1.12	1.10	1.09	1.12	—
0.15	1.16	1.14	1.14	1.12	1.08	1.13	—
0.25	<b>1.26</b>	<b>1.23</b>	<b>1.21</b>	1.19	1.17	1.18	<b>1.23</b>
10 s <sup>-1</sup>	1050 °C	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C	PROMEDIO	PROMEDIO
	n	n	n	n	n	n <sub>SRX</sub>	n <sub>SRX+DRX</sub>
0.05	1.15	1.14	1.12	1.11	1.10	1.12	—
0.15	1.17	1.15	1.15	1.12	1.10	1.14	—
0.25	1.27	1.26	1.24	1.22	1.21	1.24	—
PROMEDIO						1.14	<b>1.16</b>

Tabla 3.9: Exponente de Avrami para el acero M-4.

0.1 s <sup>-1</sup>	1050 °C	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C	PROMEDIO	PROMEDIO
	n	n	n	n	n	n <sub>SRX</sub>	n <sub>SRX+DRX</sub>
0.05	1.13	1.11	1.09	1.09	1.07	1.10	—
0.15	1.13	1.12	1.10	1.09	1.07	1.10	—
0.25	<b>1.15</b>	<b>1.13</b>	<b>1.12</b>	1.11	1.09	1.10	<b>1.13</b>
1 s <sup>-1</sup>	1050 °C	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C	PROMEDIO	PROMEDIO
	n	n	n	n	n	n <sub>SRX</sub>	n <sub>SRX+DRX</sub>
0.05	1.14	1.13	1.11	1.09	1.08	1.11	—
0.15	1.15	1.13	1.13	1.11	1.07	1.12	—
0.25	<b>1.25</b>	<b>1.24</b>	<b>1.21</b>	1.19	1.16	1.18	<b>1.23</b>
10 s <sup>-1</sup>	1050 °C	1000 °C	950 °C	900 °C	850 °C	PROMEDIO	PROMEDIO
	n	n	n	n	n	n <sub>SRX</sub>	n <sub>SRX+DRX</sub>
0.05	1.15	1.14	1.11	1.10	1.09	1.12	—
0.15	1.16	1.15	1.14	1.11	1.09	1.13	—
0.25	1.26	1.25	1.24	1.21	1.21	1.23	—
PROMEDIO						1.13	<b>1.18</b>

 Recristalización estática (SRX)

 Recristalización estática – metadinámica (SRX + MDRX)

Un ejemplo de ello, es el alcanzado por *Karjalainen* <sup>[63]</sup> en que determinó que este exponente presentaba un valor de 1.6 en un acero microaleado al V–Ti a una velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , y no variaba con la disminución de la temperatura desde 1000 a 900 °C. Otro de los casos es el citado por *Laasraoui y col.* <sup>[139]</sup> que proponen como exponente de Avrami el valor de 1 para aceros al C–Mn y microaleados al Nb. Mientras que *Medina y col.* <sup>[59]</sup> analizando aceros microaleados al V ó Nb; sugieren que  $n$  tiene una dependencia de la temperatura, de modo que a bajas temperaturas alcanza valores de 0.62 y a superiores de 1.5.

*Arribas y col.* <sup>[140]</sup> analizando aceros microaleados al Ti, llegaron a alcanzar para grano inicial fino un coeficiente de Avrami como promedio de 1, empleando la técnica de doble deformación. Sin embargo, cuando aumenta el tamaño de grano fluctuó entre 0.85 y 1.35. *Militzer y col.* <sup>[85]</sup> utilizando este tipo de ensayo, determinaron un valor del coeficiente igual a 2 en un acero al C–Mn y de 1.32 para uno microaleado al Nb–Ti.

*García-Mateo y col.* <sup>[57]</sup> usando el método de relajación de tensiones pudieron describir la cinética de recristalización estática analizando tres aceros de medio carbono, uno al C–Mn y los restantes microaleados al V. Estos materiales tuvieron comportamientos similares en el coeficiente de Avrami a alta temperaturas (1025 °C), alcanzando un cuantía de 1.1. Mientras que llega a variar cuando decrece la temperatura (870 °C) hasta 0.6 con menor microadición de V y de 0.5 con mayor V. Sin embargo, el exponente se mantiene constante en el acero al C–Mn con la disminución de la temperatura.

Se debiera esperar en este último trabajo que el proceso de ablandamiento de los aceros microaleados al V tuvieran mesetas a bajas temperaturas similares a las obtenidas por *Medina y col.* <sup>[53,59,135]</sup>. Pero esta diferencia de resultados se puede deber a que las microadiciones manejadas en estos aceros llegan a formar precipitados a baja temperatura, pero estos no son suficientes como para poder formar una meseta de precipitación. Sin embargo aunque no se formen estas mesetas la cinética de ablandamiento se llega a ralentizar y por ello disminuye los valores del exponente de Avrami.

En el presente trabajo se observa que con el aumento de la temperatura el valor del exponente llega a aumentar en ambos aceros, aunque esta diferencia es poco evidente con respecto a la alcanzada en otros estudios <sup>[53,57,59]</sup>. También se aprecia que el exponente aumenta en cierta medida con el incremento de la velocidad de deformación y la deformación, presentando mayores variaciones en el acero microaleado. Pero la diferencia es despreciable en ambos casos, tal y como lo obtuvieron *Beynon y Sellars* <sup>[143]</sup> que concluyeron que el exponente de Avrami no es muy sensible a los parámetros de deformación. También *Yang y col.* <sup>[60]</sup> obtuvieron un exponente de 1.3

en un acero al Nb–V–Ti, demostrando que  $n$  es independiente de la variación en la deformación y velocidad de deformación.

En la presente investigación se corrobora que los factores que inciden directamente sobre el inicio de la cinética de ablandamiento estático son: la composición química, deformación, temperatura y velocidad de deformación. Resultados coherentes con los presentados por *Gladman y col.* [52], en donde analizan la influencia de estos parámetros sobre la cinética. Igualmente determinan el efecto del tamaño de grano, llegando a concluir que una disminución del grano favorece a una cinética más rápida [52]. A continuación se describe la dependencia de la recrystalización con cada parámetro del proceso.

#### 3.4.1.1 Influencia de la composición química sobre la cinética de recrystalización estática.

En general, al aumentar algunos de los factores citados en el epígrafe 3.4.1 se acelera la cinética de recrystalización estática, sin embargo la microadición de algunos elementos intervienen en el retraso. *Gladman y col.* [52] enfatizan en su estudio que los elementos en solución, salvo el carbono, logran retrasar la recrystalización de la austenita.

En la figura 3.16 se muestra comparativamente para ambos aceros la variación de la fracción recrystalizada estáticamente con el tiempo bajo algunas condiciones de conformado. Los resultados de fracción recrystalizada indican que en el acero al C–Mn los elementos solamente pueden influir en el retraso de la recrystalización en forma de arrastre de soluto, puesto que no presenta elementos de aleación capaces de formar precipitados a altas temperatura o la fracción de estos es muy pequeña como para influir en la SRX. Mientras que en el acero M–4 por lo general el arrastre de soluto interviene en condiciones de alta temperatura de deformación y al comienzo de la SRX para menores temperaturas; pero a bajas temperaturas y tiempos superiores su diferencia se hace más pronunciada por la formación de pequeños precipitados, presentando la fracción recrystalizada una meseta que provoca un estadio momentáneo de no recrystalización.

En la figura 3.16 es posible comprobar que a temperatura de 1050 °C existe una diferencia entre los tiempos de recrystalización del acero A–4 y el M–4. En estos casos el retraso de la cinética de recrystalización del acero microaleado en relación al base se debe exclusivamente al efecto arrastre de soluto. Esto se debe a que los átomos de soluto en solución sólida tienden a segregar en los límites de grano de la austenita, provocando que la nucleación de los nuevos granos y su crecimiento sea limitada. Aunque a 1050 °C en el acero microaleado se esperaría la interrupción de SRX por la formación de precipitados, se observa que esta no ocurre durante el ablandamiento a alta deformación (i.e. 0.15), sin embargo a una menor deformación el final del ablandamiento

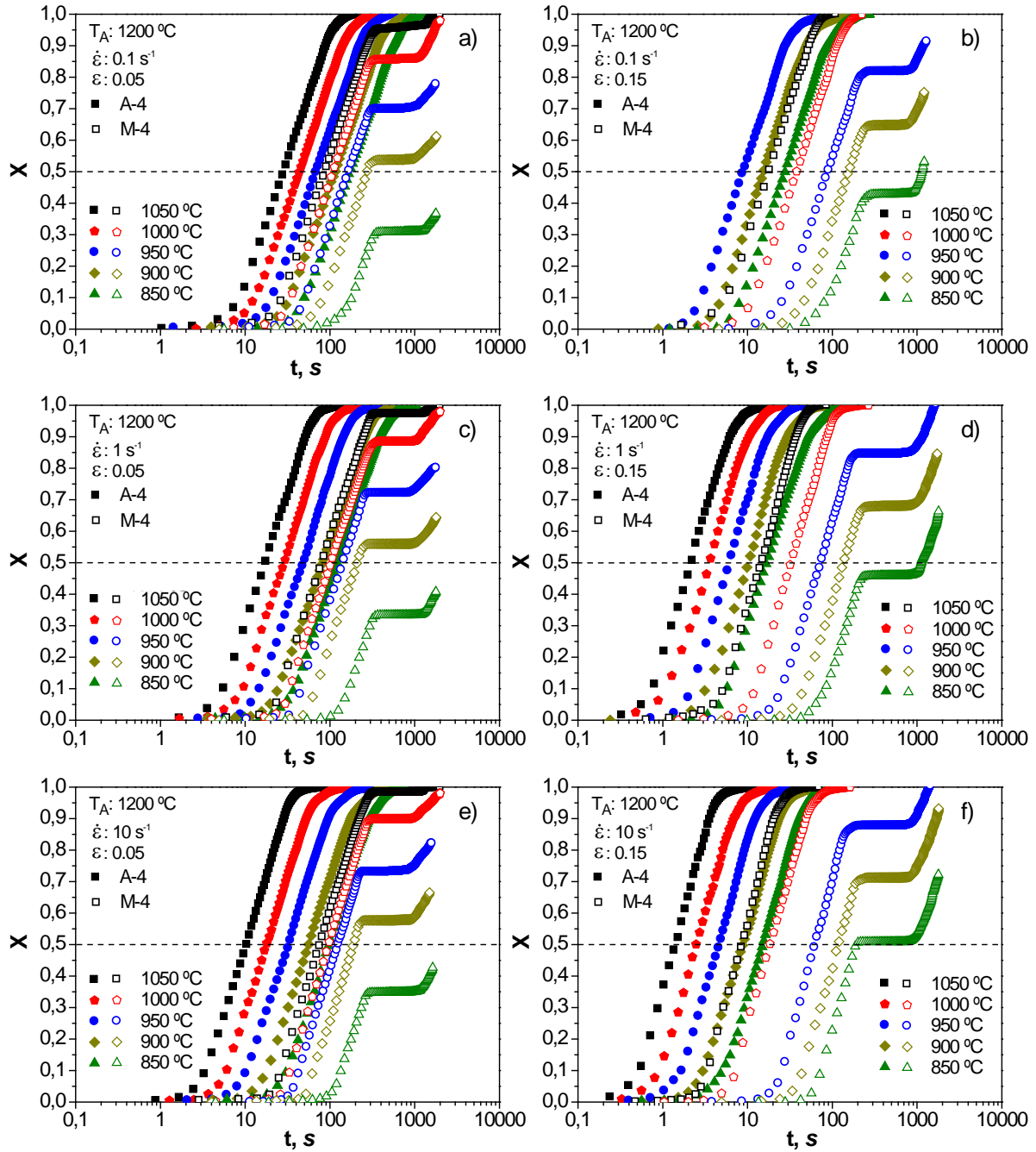


Figura 3.16: Comportamiento de la fracción ablandada con la variación de la temperatura, deformación y velocidad de deformación en ambos aceros.

estará afectado por la precipitación, cuestión que se analizará más adelante. El primer comportamiento se puede deber a que existe en estas condiciones una alta velocidad de generación de defectos, lo cual propicia a una recrystalización rápida. Una vez que la SRX se completa, se distingue en la curva de relajación que ocurre la precipitación inducida por la deformación durante el crecimiento de grano, ejemplo de ello se muestra en la figura 23A del Anexo a una temperatura de 1050 °C, deformación de 0.15 y velocidad igual a  $0.1\text{ s}^{-1}$ . Esta cinética

al no estar influenciada por la precipitación en sus comienzos es semejante a la del acero de partida, pero ralentizada, o sea desplazada hacia mayores tiempos.

De forma general se puede apreciar que la cinética de recristalización estática del acero microaleado al Nb-V es un orden de magnitud más lenta que la del acero sin elementos microaleantes bajo las mismas condiciones de conformado, aumentando su diferencia cuando la temperatura descende, y son incrementados los valores de la deformación y velocidad de deformación.

A menores temperaturas de las referida (i.e. 950, 900 y 850 °C) la supresión del ablandamiento está ocurriendo al comienzo por el efecto soluto. Posteriormente se inicia una precipitación intensa de partículas inducidas por la deformación <sup>[144,145]</sup> como se ratificará más adelante, inhibiendo de esta forma la nucleación y el crecimiento de granos que están recristalizando. *Medina y col.* <sup>[59]</sup> mencionan que la temperatura en que puede ocurrir la supresión de la recristalización por la precipitación aumenta con la concentración del Nb, y en menor medida con los demás elementos microaleantes.

*Zhang y col.* <sup>[58]</sup> estudiando un acero al C-Mn y el segundo microaleado al Nb, con composiciones semejantes a las de este trabajo obtuvieron curvas de relajación análogas, pero con ablandamientos más rápidos. Destacan que en el acero al Nb para una deformación equivalente de 0.2 y velocidad de deformación de  $1 \text{ s}^{-1}$ , la cinética de recristalización se encuentra afectada por la precipitación inducida por la deformación a 950 °C y temperaturas inferiores. Demostraron mediante TEM que durante la meseta obtenida en la cinética de relajación existe una precipitación intensa de Nb(C,N) a tiempos más cortos a los alcanzados en el actual trabajo.

Se infiere que la diferencia de resultados entre el contenido en este trabajo y los reportados por *Zhang y col.* <sup>[58]</sup>, tanto en la cinética de recristalización, como de precipitación sea a consecuencia del efecto del Mn en los dos casos sumado al del Nb-V en el microaleado. Los materiales estudiados por *Zhang y col.* <sup>[58]</sup> presentan menor contenido de Mn que en este trabajo, por lo que la precipitación de las partículas es más rápida condicionada a que un aumento del Mn reduce la difusividad del Nb en la austenita <sup>[88,119]</sup>. Refiere *Siwecki* <sup>[136]</sup> que los elementos sustitucionales tales como el P, Si y Mn también ralentizan la migración de las fronteras de grano por el efecto de arrastre de soluto.

Realizando un estado comparativo entre la cinética de SRX para un acero microaleado al Nb-V analizado por *Mirzakhani y col.* <sup>[49]</sup> a una velocidad de conformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  y deformación de 0.15, se puede confirmar cierta semejanza con el obtenido en el acero M-4 bajo las mismas condiciones de conformado (figura 3.16 b). *Mirzakhani y col.* <sup>[49]</sup> obtuvieron que por debajo de 1025

°C la cinética de recristalización estática se encuentra afectada por la precipitación inducida por la deformación, mientras que en el acero actual empieza a influir a los 950 °C. Esta diferencia está dada por la mayor microadición de Nb que presenta el acero citado con el analizado en este trabajo, ya que a mayor cantidad de elementos microaleantes mayor fracción de volumen de precipitados formados a una misma temperatura.

Vervynckt y col. <sup>[146]</sup> analizando dos niveles de N en aceros microaleados al Nb–Ti, obtuvo mesetas de precipitación más estables con mayor N, con la consecuente formación de precipitados a superior temperatura (1075 °C) que la del acero de menor N (1025 °C). Esto quiere decir que el N es también uno de los elementos claves en la formación de los carbonitruros y nitruros que actúa directamente sobre el retraso de la SRX, ya sea en forma de soluto o precipitado.

### 3.4.1.2 Efecto de la temperatura de deformación sobre la cinética de recristalización estática.

Como es conocido la recristalización resulta de la combinación de los procesos de nucleación y crecimiento de nuevos granos, ambos activados térmicamente, por lo que un aumento de la temperatura trae consigo un incremento de la velocidad de recristalización <sup>[52]</sup>. Principio que concuerda con lo alcanzado en este trabajo, ya que a mayores temperaturas se hace más rápido el inicio del proceso de ablandamiento de los materiales para todas las condiciones establecidas.

Ejemplo de lo aseverado es la figura 3.17, donde se representa la fracción de ablandamiento de los aceros A-4 y M-4 para tres temperaturas de deformación (1050, 950 y 850 °C), a una velocidad de deformación de  $1 \text{ s}^{-1}$  con deformación equivalente previa de 0.15. Se aprecia que a medida que aumenta la temperatura, se acorta el tiempo para el 50 % de recristalización en los dos aceros estudiados, comportamiento que también se establece para el resto de las condiciones de conformado (ver figura 3.16).

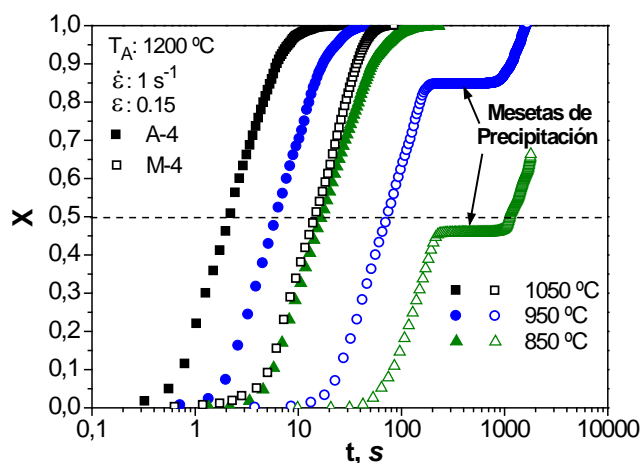


Figura 3.17: Ejemplo del efecto de la temperatura de deformación sobre la SRX.

Aunque el comportamiento de la cinética es similar en los dos casos a altas temperaturas, el tiempo  $t_{0.5}$  es significativamente mayor para el acero M-4 con respecto al A-4. Esta diferencia a mayores temperaturas es atribuida al efecto soluto comentado con anterioridad, por la microadición con Nb-V. A bajas temperaturas este tiempo se hace mayor por el efecto soluto, sumado a la aparición de finos precipitados durante el proceso de SRX.

Se hace evidente en la figura 3.16 que la recrystalización completa del acero microaleado es lenta y solamente ocurre a temperaturas elevadas, dependiendo directamente de las demás variables de conformado (i.e. deformación y velocidad de deformación), mientras que a menores temperaturas logra recrystalizar sólo una parte del material. Ciertamente la precipitación de partículas de segunda fases contribuye significativamente a este comportamiento. En este mecanismo de retardo la precipitación inhibe la recrystalización del material deformado antes que ocurra la coalescencia de las partículas y la liberación de los frentes de recrystalización.

En el acero microaleado (ver figura 3.17), a 1050 °C la curva de ablandamiento sigue la ecuación de Avrami, ya que la velocidad de nucleación y crecimiento de nuevos granos es mayor que la velocidad de precipitación, teniendo un efecto significativo sobre este comportamiento la mayor difusión interatómica. Sin embargo, las curvas correspondientes a 950 y 850 °C muestran una meseta a causa de la formación de carburos, nitruros y carbonitruros complejos de Nb-V que restringen el progreso de la recrystalización. No obstante, la recrystalización prosigue por el posible crecimiento de los precipitados que no impiden que el material siga ablandando. La aparición de las mesetas presentadas en este estudio es similar a resultados obtenidos evaluando aceros microaleados al V y Nb [53,59].

Como se comentó, para tiempos mayores (i.e. 200 s a 950 °C) en donde aparece la meseta de precipitación, la nucleación y el crecimiento de las partículas precipitadas pueden estar bloqueando las dislocaciones así como los límites de grano, favoreciendo la no ocurrencia de la recrystalización estática. Luego de este proceso, cuando estas partículas han crecido lo suficiente la recrystalización del material prosigue hasta alcanzar el 100 % de volumen recrystalizado. Sin embargo a 850 °C, después del proceso de precipitación la fracción recrystalizada es inferior a 0.7, claro indicativo de que parte del material se encuentra con estructura deformada y no completa la recrystalización.

Es necesario destacar que en el acero M-4 con deformación reducida y todas las velocidades de deformación (i.e. 0.05 y 0.1–10 s<sup>-1</sup>), interviene la precipitación durante el proceso de ablandamiento a todas las temperaturas analizadas en los gráficos de la figura 3.16. Esto se puede

deber a la pequeña cantidad de defectos generados en el material por la baja deformación aplicada, trayendo consigo un reducido número de dislocaciones y vacancias que son lugares preferentes de nucleación de nuevos granos. Durante el proceso de crecimiento de los granos existe un equilibrio de la fuerza de recrystalización con la de formación de precipitados, sucediendo la precipitación que frena el crecimiento de estos granos. Esto trae consigo que se alcance una pequeña porción del material recrystalizado. Lo cual confiere que un mayor retraso de la recrystalización ocurra cuando la fuerza de anclaje desarrollada por una fina y homogénea distribución de precipitados supera la fuerza motriz para la recrystalización.

### 3.4.1.3 Efecto de la deformación sobre la cinética de recrystalización estática.

La figura 3.18 muestra a manera de ejemplo la fracción recrystalizada en función del tiempo para dos condiciones de predeformación (0.05 y 0.15). Se distingue que un incremento de este parámetro contribuye al aumento de la velocidad de inicio del ablandamiento en los dos aceros. El incremento de la deformación no sólo permite acortar el tiempo para la recrystalización del acero M-4, sino que también acelera el comienzo de la precipitación inducida por la deformación [145]. La disminución del tiempo para el inicio de la recrystalización es atribuido al incremento de la densidad de dislocaciones y límites de subgranos, generada por una mayor deformación aplicada; lo que ocasiona un crecimiento de la fuerza impulsora para la recrystalización estática [137]. Esto quiere decir, que si se le brinda mayor energía al material en forma de área de límites de grano, se promueva que se acelere el comienzo de la SRX.

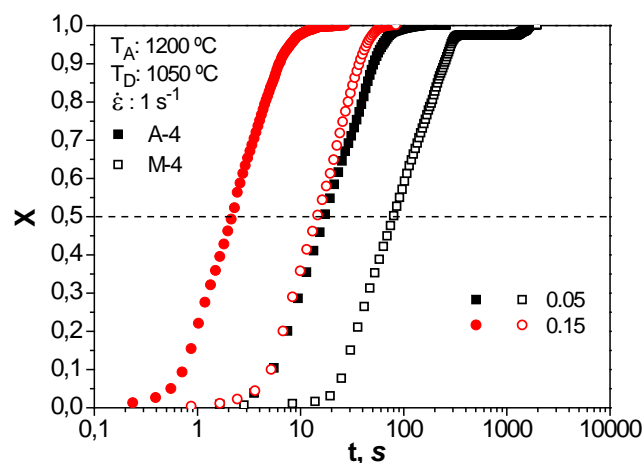


Figura 3.18: Ejemplo del efecto de la deformación sobre la SRX.

Este mismo comportamiento del efecto de la deformación explicado anteriormente se observa en la figura 3.16 para el resto de las velocidades de deformación (i.e.  $0.1$  y  $10\text{ s}^{-1}$ ) y las demás temperaturas. En el acero M-4 el incremento de la deformación no sólo permite que se inicie antes



el ablandamiento, sino que también es promovida una mayor fracción recrystalizada antes que aparezca el proceso de precipitación.

Es posible pensar que en los dos materiales a la más baja deformación aplicada (i.e. 0.05) solamente ocurra restauración estática como fenómeno de ablandamiento predominante, ya que al ser tan pequeña la magnitud de deformación la densidad de dislocaciones generadas sería muy baja. Sin embargo, las curvas de relajación experimentales arrojan que con esta deformación y una relativa alta velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  se observa el cambio de mecanismo (i.e. la aparición de recrystalización), o sea, existe un cambio de pendiente durante la relajación de los materiales. Esto puede deberse a que la densidad de dislocaciones y defectos internos generados sean suficientes como para generar un proceso de recrystalización aunque muy lento. Se exceptúa de esta generalidad el ablandamiento del acero microaleado a una temperatura de  $850 \text{ }^{\circ}\text{C}$  bajo deformación de 0.05 y todas las velocidades de deformación (ver figura 3.16). En estos casos se alcanzan pequeñas fracciones de ablandamiento (menores a 0.4), donde Vervynck y col. <sup>[146]</sup> relacionan una pequeña fracción de ablandamiento con la ocurrencia de la restauración.

Karjalainen <sup>[63]</sup> en el estudio de un acero al C-Mn con baja microadición de Ti-V, analizando la cinética de recrystalización mediante la misma técnica empleada en el actual trabajo obtuvo resultados muy similares. Por ejemplo, a velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  y deformación de 0.05 obtiene un ablandamiento completo del material a una temperatura de  $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , siendo alcanzado un tiempo para el 50 % de recrystalización igual a 22 s. Pero los tiempos de recrystalización en los aceros analizados en la presente son superiores e iguales a 43 s y 108 s, para el base y microaleado respectivamente. Esta diferencia de tiempo de recrystalización se debe a la variación en la composición química de los aceros analizados con el citado en literatura. Este último contiene solamente la mitad de C, menor Si y Mn a los de esta investigación, siendo la velocidad de difusión del primero mayor que para los demás.

Si se realiza un estado comparativo entre las tres condiciones de deformación (0.05, 0.15 y 0.25) en el acero M-4, para una misma velocidad de deformación y temperatura (i.e.  $1 \text{ s}^{-1}$  y  $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), la fracción de volumen recrystalizada a una deformación de 0.25 supera a la alcanzada para las demás condiciones. Para esta condición de mayor cantidad de defectos generados, se logra recrystalizar un porcentaje superior del material antes que comience la precipitación; esto se debe a que el proceso de nucleación y crecimiento de granos recrystalizados se efectúa a mayor velocidad que los de nucleación de precipitados. En algunos casos con elevadas temperaturas se obtiene una fracción del 100%, puesto la fuerza de pinzamiento de los precipitados son muy débiles para poder frenar el progreso de la recrystalización que tiene mayor energía térmica, aumentando con ello la velocidad de difusión de los átomos y la de crecimiento de los granos.

Este resultado presenta buena correspondencia con el encontrado por *Gómez y col.* [147], en el que para un acero microaleado al Al-V, una elevada deformación de 0.35 trajo consigo el incremento de la fracción recrystalizada en la etapa de precipitación y un mayor tiempo de precipitación en comparación con una deformación equivalente de 0.2. También concluyeron que la fuerza de pinzamiento de los precipitados de Al es muy débil y por lo tanto la cinética de SRX no es impedida por estas partículas, siendo gobernada por los compuestos de V. Esto se puede deber, a que el tamaño de los precipitados de AlN fueron superiores en un orden de magnitud en comparación con los de V(C,N).

#### 3.4.1.4 Efecto de la velocidad de deformación sobre la cinética de recrystalización estática.

Las curvas de ablandamiento mostradas en la figura 3.19 indican que la velocidad de deformación tiene baja influencia en la cinética de recrystalización estática en ambos aceros a una temperatura de deformación igual a 1050 °C. Se hace evidente en la figura 3.19 que el predominio de la velocidad de deformación en el acero A-4 es mayor que para el acero M-4. En los dos materiales, cuando se incrementa la velocidad de deformación de 0.1 a 1 s<sup>-1</sup> se acelera el comienzo del ablandamiento en el mismo orden de magnitud, efecto similar al que sucede cuando se incrementa la velocidad hasta los 10 s<sup>-1</sup>.

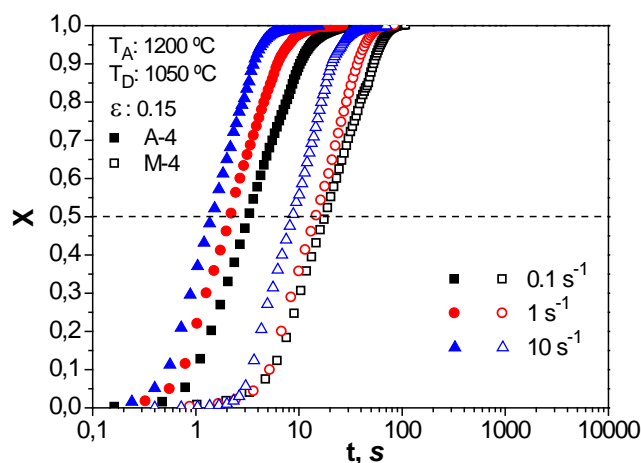


Figura 3.19: Ejemplo del efecto de la velocidad de deformación sobre la SRX.

Como era de esperar la influencia de la velocidad de deformación en la cinética de recrystalización estática es mayor en el acero de partida que en el microaleado, puesto el primero presenta menos elementos en solución que el segundo y por ende estos presentan menor influencia en el movimiento de los límites de grano. Sin embargo, cuando se analiza el acero microaleado el retraso de la recrystalización en sus inicios es muy superior que la del base y conforme se ablanda

el material la SRX se retrasa aún más por la presencia de los precipitados inducidos por el propio proceso de deformación.

En la figura 3.16 se puede comprobar el efecto de la velocidad de deformación para las demás temperaturas de conformado experimentadas. En ella se establece el mismo comportamiento explicado con anterioridad teniendo presente que a medida que desciende la temperatura el ablandamiento es más propenso a ser ralentizado por la precipitación.

Tras analizar los dos materiales, se aprecia que la cinética de recrystalización estática depende fuertemente de la composición química, deformación y temperatura; aunque otros autores plantean que también del tamaño de grano inicial <sup>[59,137,148]</sup>, parámetro no estudiado en este trabajo. Por otra parte el incremento de la velocidad de deformación acelera el comienzo de la cinética de recrystalización estática en menor medida, en comparación con el efecto de las tres variables comentadas, coherente con lo alcanzado en estudios previos <sup>[59,63,137]</sup>.

#### 3.4.2 Cinética de recrystalización estática – metadinámica (SRX + MDRX).

Se ha llegado a observar en estudios previos <sup>[61,64,134]</sup> que cuando la deformación crítica para que ocurra la recrystalización dinámica se sobrepasa y el proceso de deformación se interrumpe ocurre la recrystalización metadinámica o postdinámica (MDRX), existiendo un mecanismo mixto (SRX + MDRX) cuando la deformación aplicada es inferior a  $\epsilon_T$ . En ella no es necesario un período de incubación, puesto los núcleos están presentes, formados previamente en el proceso de DRX <sup>[141]</sup>.

En el acero A-4 se observa que ocurre una combinación de SRX + MDRX para varias condiciones de conformado (ver tabla 3.7), puesto que en ninguna de las condiciones experimentales se aplican deformaciones superiores a la  $\epsilon_T$ . Por ejemplo, se puede apreciar que se encuentra una marcada diferencia entre los tiempos para el 50 % de recrystalización a 950 °C con el de 1000 °C bajo una misma deformación de 0.15 y velocidad de 0.1 s<sup>-1</sup> (figura 13A). Se observa que a temperaturas de 950 y 850 °C acontece la SRX, mientras que a 1000 °C y temperaturas superiores actúa un mecanismo mixto SRX + MDRX.

Otros de los casos donde ocurre el mecanismo mixto en el acero base es bajo velocidad de deformación de 0.1 s<sup>-1</sup> con deformación igual a 0.25 a todas las temperaturas (ver figura 14A). Mediante las condiciones antes nombradas se obtendrán mayores tamaños de grano a los que presenta la recrystalización dinámica, puesto que existen núcleos de grano formados por la DRX, los cuales crecerán en el intervalo de tiempo donde ocurre SRX + MDRX.

También a velocidad de deformación de  $1 \text{ s}^{-1}$  y deformación de 0.25 la cinética de recrystalización es más rápida a partir de los 950 hasta los 1050 °C (figura 17A), en comparación con temperaturas más bajas a las referidas. En los primeros casos se obtiene una mayor velocidad de ablandamiento (tabla 3.7), a consecuencia de que no necesita un período de incubación porque los núcleos de los granos ya están formados. Y para las demás temperaturas, 900 y 850 °C ocurre la SRX, siendo necesarios mayores tiempos de incubación de nuevos granos con su posterior crecimiento.

Sin embargo, para el acero M-4 las condiciones en que sucede SRX + MDRX son bajo una deformación de 0.25 y velocidades de deformación iguales a 0.1 y  $1 \text{ s}^{-1}$ , pero no a todas las temperaturas (ver tabla 3.7). Se puede observar en las figuras 24A y 27A del Anexo que la fracción recrystalizada ocurriendo SRX + MDRX se encuentra afectada por la precipitación inducida por la deformación, que llega a frenar momentáneamente el desarrollo del ablandamiento como sucede cuando interviene la SRX.

En la figura 3.20 se representan algunas condiciones en que acontece el ablandamiento por SRX + MDRX para ambos aceros. La composición química presenta un efecto similar durante el fenómeno de SRX + MDRX al que ocurre cuando se está en presencia de la SRX, aunque se denota una mayor diferencia entre los tiempos de recrystalización de los dos aceros comparado con la SRX. En el acero A-4 sigue influyendo el arrastre de soluto, mientras que en el M-4 interviene el efecto soluto más la precipitación. Los demás parámetros tales como la temperatura y velocidad de deformación también presentan influencias superiores en relación con la SRX, aunque el predominio de deformación es despreciable para esta condición como sucede bajo la MDRX.

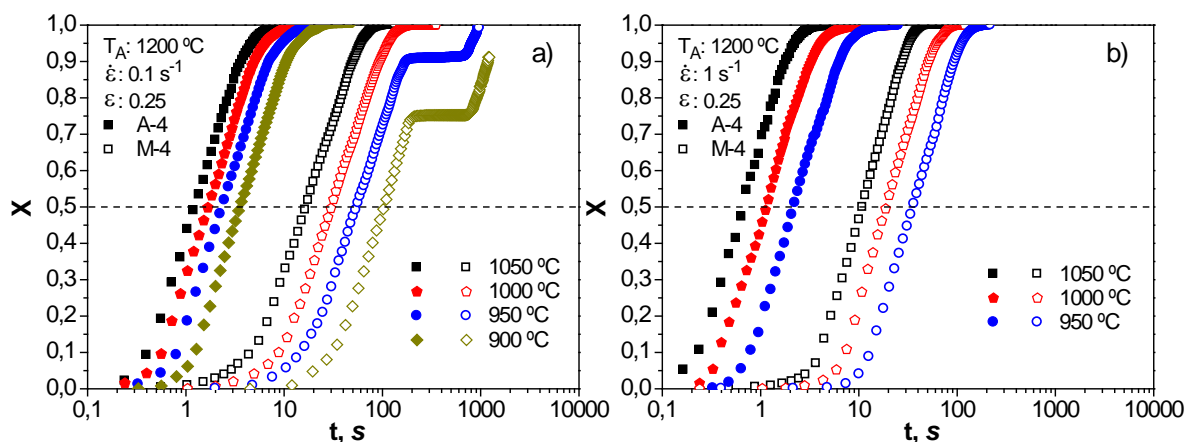


Figura 3.20: Comportamiento de la fracción ablandada con la variación de la temperatura, deformación y velocidad de deformación en ambos aceros para la SRX + MDRX.

*Elwazri y col.* <sup>[150]</sup> investigando la cinética de recristalización metadinámica en aceros microaleados al vanadio de alto carbono, revelan que el V y el Si presentan un fuerte efecto en el retraso de la cinética de MDRX en forma de soluto. Otros elementos como el Nb, N, P y Mn en solución <sup>[58,60,134]</sup> también podrían ejercer una gran influencia sobre el retraso de la SRX + MDRX como lo presentan sobre la SRX.

Se evidencia en la figura 3.20 que los elementos Nb y V en forma de soluto constituyen una fuerte herramienta que logra ralentizar la cinética de SRX + MDRX a todas las temperaturas estudiadas, puesto que con la elevada deformación impuesta se esperaría una cinética mucho más rápida a la alcanzada. A grandes rasgos, con estos resultados se hace evidente que en el acero microaleado se puede obtener una microestructura muy deformada y no recristalizada en un tiempo interparse relativamente extenso.

Se observa en las tablas 3.8 y 3.9 que el exponente de Avrami en los dos aceros bajo las condiciones de SRX + MDRX es prácticamente el mismo, aunque ligeramente superior que cuando ocurre la SRX. Tanto el acero A-4 como el M-4 presentan un valor promedio aproximado a 1.2. Con esta evidencia experimental se confirma que la nucleación tiene lugar en el límite de grano, al igual que cuando actúa la recristalización estática.

Un comportamiento semejante al obtenido en este trabajo lo obtuvieron *Elwazri y col.* <sup>[56]</sup>. Estos autores en su investigación llegan a determinar valores del exponente en un acero al C-Mn de 1.3 y 1.2, para la recristalización estática y la metadinámica respectivamente. También *Karjalainen* <sup>[63]</sup> estudiando un acero microaleado al V-Ti alcanzó valores de 1.5 para la MDRX, mientras que si ocurre la SRX refieren que es de 1.6.

Otras investigaciones <sup>[138,149,150]</sup> expresan que el exponente de Avrami en la cinética de MDRX debe ser algo superior que para SRX. Uno de los ejemplos es el reportado por *Kim y col.* <sup>[149]</sup> en el que analizaron la cinética de ablandamiento de un acero de medio carbono, microaleado al V-Ti. Estos autores obtuvieron un exponente de Avrami igual a 1.02 para la SRX y en el caso de la MDRX de 1.06. Posteriormente *Elwazri y col.* <sup>[150]</sup> encontraron que el valor de este exponente es de 1.2 para tres aceros microaleados al V cuando actúa MDRX, sin embargo en presencia de SRX analizando los mismos aceros publicaron en <sup>[138]</sup> que se alcanzaba entre 0.9 a 1.1.

### 3.4.2.1 Efecto de la temperatura de deformación sobre la cinética de recristalización estática – metadinámica.

Algunos ejemplos de las fracciones de ablandamiento se muestran en la figura 3.21 cuando ocurre el fenómeno mixto SRX + MDRX a diferentes temperaturas de deformación, con velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  y deformación de 0.25. Es obvio que el efecto de la temperatura de deformación en la cinética de ablandamiento es una de las más importantes, pues un incremento de la temperatura trae consigo a que sea acelerado el comienzo de la SRX + MDRX. Es de notar en la figura 3.21 que las curvas de ablandamiento a temperaturas de 1050 y 1000 °C siguen la ecuación de Avrami para el acero base y el microaleado, aunque en éste último después del proceso de ablandamiento aparece una meseta, por la ocurrencia de la precipitación de carbonitruros complejos que restringen el crecimiento de grano. A 950 °C la meseta de precipitación interrumpe la cinética de SRX + MDRX cuando se ha alcanzado aproximadamente un 0.9 de ablandamiento. Es importante distinguir que las fracciones recristalizadas alcanzadas con este tipo de recristalización son mayores que para una recristalización estática y en un menor tiempo. Se observa en la figura 3.21 que la diferencia de tiempo entre las cinéticas de los dos aceros se hace más acusada para la recristalización SRX + MDRX cuando se compara con la SRX (ver figura 3.16). Este comportamiento se debe de nuevo a la influencia que tiene el arrastre de soluto en el acero microaleado. Otras de las condiciones en la cual sucede un efecto semejante de la temperatura se observa en la figura 3.20.

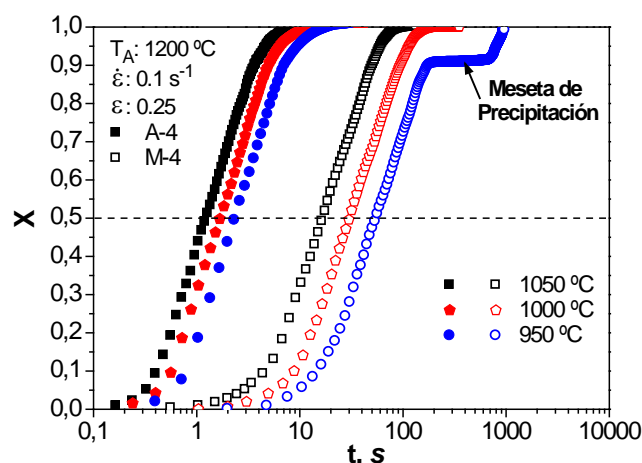


Figura 3.21: Ejemplo del efecto de la temperatura de deformación sobre la SRX + MDRX.

A diferencia de la SRX, cuando el material está recristalizando bajo SRX + MDRX se obtiene mayor fracción recristalizada y es más rápido el comienzo de la cinética de recristalización [56]. Aunque durante la recristalización el efecto soluto logre retrasar el ablandamiento del material,

bajo SRX + MDRX se consigue una mayor velocidad de ablandamiento, con la posterior afectación de la precipitación a temperaturas donde la fracción de volumen de precipitados sea la suficiente.

Partiendo de estos resultados se puede afirmar que una microestructura completamente recrystalizada en el acero M-4 se puede alcanzar para intervalos de deformaciones relativamente cortos a altas temperaturas, bajo elevada deformación y velocidad de deformación. Mientras que una estructura deformada (no recrystalizada) puede ser obtenida para velocidad de deformación menor (i.e.  $0.1 \text{ s}^{-1}$ ) en intervalos entre deformaciones cortos y a temperaturas de deformación inferiores a  $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$  bajo intervalos entre pases menores que 700 s. No obstante, en el acero A-4 es posible obtener una microestructura completamente recrystalizada a tiempos muchos más cortos en relación al microaleado.

#### 3.4.2.2 Efecto de la velocidad de deformación sobre la cinética de recrystalización estática – metadinámica.

En la figura 3.22 se muestra de forma resumida el efecto de la velocidad de deformación sobre la cinética de recrystalización metadinámica en ambos aceros. Las curvas de ablandamiento indican que la velocidad de deformación presenta una influencia directa en la cinética de ablandamiento de los dos aceros, siendo evidente que el tiempo de comienzo de la recrystalización es acelerado significativamente cuando se incrementa la velocidad de deformación. Este resultado coincide con lo analizado por algunos autores [149–152].

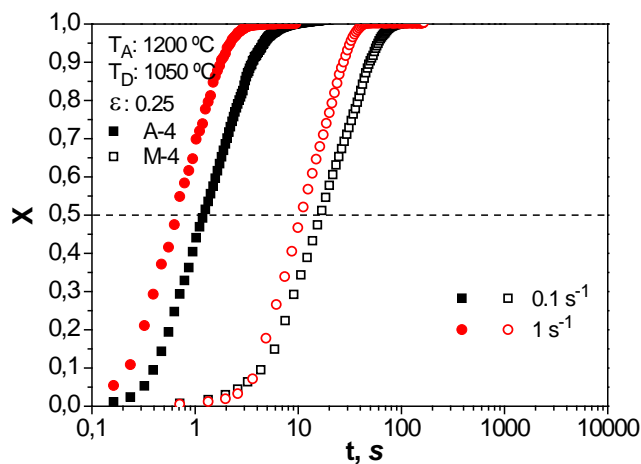


Figura 3.22: Ejemplo del efecto de la velocidad de deformación sobre la SRX + MDRX.

Este comportamiento se relaciona con la creación de una mayor cantidad de defectos internos en un menor tiempo cuando la velocidad de deformación es alta, lo que traerá como resultado un incremento de la velocidad de generación de las dislocaciones y de la densidad de nucleación en

la microestructura deformada. Entonces un mayor número de subestructuras puede ser generado en los granos iniciales cuando la velocidad de deformación es alta, lo que producirá más núcleos por unidad de volumen en los granos. Este mecanismo puede generar un grano más fino cuando la velocidad es muy alta. Por lo tanto, el efecto de la velocidad de deformación en la evolución microestructural durante la recrystalización metadinámica o mecanismo mixto en los aceros es muy importante.

Otras de las características que se observa en la figura 3.20 b) es que con este tipo de ablandamiento en el acero microaleado se puede lograr a temperaturas relativamente bajas (de hasta 950 °C) un ablandamiento del material del 100 %, siempre y cuando se incremente la velocidad de deformación hasta  $1 \text{ s}^{-1}$ . No obstante la precipitación de las partículas interfiere en la fase final del ablandamiento, lo que ayuda a que los granos no crezcan desmesuradamente durante un intervalo de tiempo, con la cual se puede conseguir un reducido tamaño de grano recrystalizado.

Finalmente se establece en este trabajo que la velocidad de deformación y la temperatura presentan una fuerte influencia sobre la cinética de SRX + MDRX, en coincidencia con el resultado obtenido por *Karjalainen* [63], el cual explica que la cinética de MDRX es sensiblemente dependiente de la velocidad de deformación y la temperatura, pero independiente de la deformación. Llegando a concretar que el tiempo de incubación aparente es relativamente lento a baja velocidad de deformación, pero una alta velocidad de ablandamiento se puede esperar a una mayor velocidad de deformación correspondiente a un laminador industrial.



### 3.5 Precipitación inducida por la deformación.

En este epígrafe se mostrará el conjunto de curvas  $\sigma$  vs.  $t$  para los ensayos de relajación de tensiones realizados con el objetivo de determinar la precipitación inducida por la deformación del acero microaleado (M-4); partiendo de deformaciones equivalentes de 0.05, 0.15 y 0.25, con velocidades de deformación de 0.1, 1 y 10  $s^{-1}$ . En la primera etapa se detallan los resultados obtenidos para los dos aceros analizados con una deformación de 0.05, logrando determinar con precisión el diagrama Precipitación–Tiempo–Temperatura (PTT). Posteriormente se establece la influencia de la temperatura, deformación previa y velocidad de deformación sobre la cinética de precipitación para el acero microaleado, construyendo todos los diagramas PTT. Mediante pruebas de relajación de tensiones interrumpidas, se comprueba si los tiempos de precipitación determinados por el ensayo termomecánico coinciden con las micrografías presentadas mediante FESEM. Para finalizar se construyen los diagramas Recristalización–Precipitación–Tiempo–Temperatura (RPTT), detallando la influencia que tiene los parámetros tecnológicos sobre la variación de estos.

#### 3.5.1 Resultados de los ensayos de relajación de tensiones continuos.

Algunos de los resultados de los ensayos de relajación de tensiones para el acero al C–Mn a temperaturas comprendidas entre los 850 a 1050 °C, con incrementos de 50 °C se muestran en la figura 3.23 a). Aunque en este material no ocurra el fenómeno de precipitación inducida por la deformación durante la relajación, sirve como punto de partida para comparar los resultados alcanzados en relación con los del acero microaleado y así determinar con mayor precisión el comienzo de la precipitación.

En la figura 3.23 b) se reflejan diversas curvas de relajación del acero microaleado, siendo dividida en tres regiones claramente diferenciadas <sup>[83,84]</sup>. En la primera, la curva  $\sigma$  vs.  $\log t$  presenta una pendiente negativa que corresponde al ablandamiento del material, en la segunda se encuentra una meseta “plateau” asociada a la ocurrencia de la precipitación que frena el proceso de ablandamiento por un tiempo y finalmente la tercera, que es el intervalo entre el fin del proceso de precipitación y la continuidad del de relajación hasta que finaliza el ensayo <sup>[83]</sup>. En esta última etapa sigue ablandando el material y puede ocurrir el crecimiento de grano.

Este “plateau” o “meseta” es el resultado de la interacción entre la precipitación y la cinética de ablandamiento, como han mostrado resultados semejantes en diversas investigaciones estudiando aceros microaleados al Nb, V, Ti, Nb–B, Ti–V, Ti–Nb <sup>[78–86,88]</sup>. A partir de estas curvas es posible

obtener los tiempos de inicio ( $P_s$ ) y de final de precipitación ( $P_f$ ) para cada temperatura, permitiendo construir los diagramas PTT necesarios para conocer la cinética de precipitación del material.

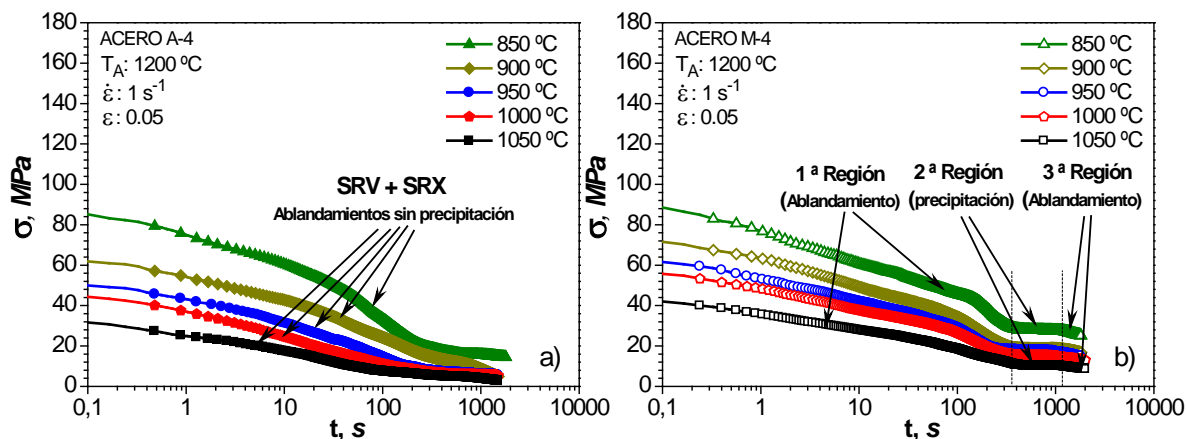


Figura 3.23: Curvas de relajación de los aceros en estudio: a) acero A-4, b) acero M-4.

Es posible observar que las mesetas obtenidas en casi todas las temperaturas son muy estables, lo que indica un equilibrio entre la fuerza que ejercen los precipitados y la de recrystalización. Llegan a compensarse hasta un valor en que los precipitados crecen y son incapaces de retener el movimiento de los límites de grano. Efecto semejante lo obtuvo *Cao y col.* [153] analizando la cinética de precipitación mediante el método de relajación de tensiones en un acero microaleado al Nb-Ti (llamado en el trabajo como E). En su estudio obtiene la cinética de precipitación de varios aceros, con el comportamiento de las curvas de relajación variable con las microaleaciones analizadas.

Se puede apreciar en la figura 32A que a temperaturas entre los 850 a 1050 °C las mesetas de precipitación están bien delimitadas. Sin embargo, a temperatura igual o superior de los 1100 °C la precipitación ocurre durante el proceso de crecimiento de grano y finaliza en un tiempo muy corto en relación a las demás temperaturas. Los valores de carga registrados para el acero microaleado son superiores que los del acero base, debido al efecto de arrastre de soluto durante el proceso de relajación ralentiza el ablandamiento hasta que empiezan a formarse pequeños precipitados que logran un incremento de la carga.

Basado en el método descrito por *Liu y Jonas* [80] y explicado en el epígrafe 2.4.4.1 se determinó los dos puntos de inflexión característicos, que indican el comienzo ( $P_s$ ) y el final de la precipitación ( $P_f$ ). Esta técnica ha sido empleada por muchos investigadores para determinar la cinética de precipitación en algunas familias de aceros microaleados. Por ejemplo *Liu y Jonas* [80,81] la

utilizaron para detectar la precipitación del Ti(CN) en la austenita microaleada con Ti. En otras investigaciones *Park y col.* [79], *Dutta y col.* [88] pudieron determinar la precipitación de Nb(CN) y recientemente *Pandit y col.* [82] en aceros microaleados al Ti-V y Nb-V bajo determinadas condiciones de deformación.

Aunque el comienzo de la precipitación fue determinado por el método anteriormente expuesto, hubo que verificar estos resultados superponiendo las curvas de relajación de los dos materiales bajo las mismas condiciones de ensayo, tal como se establece en el epígrafe 2.4.4.1. De esta manera se llegó a demostrar que por el método de las tangentes los resultados obtenidos son satisfactorios y es posible emplearlo para las demás condiciones de deformación, puesto que coinciden los resultados de comienzo de precipitación por los dos métodos.

Aplicando el método de la tangente explicado en el procedimiento experimental, para cada curva de relajación de tensiones se determinan los puntos característicos  $P_s$  y  $P_f$ . Los tiempos de comienzo y final de precipitación para deformaciones previas de 0.05, 0.15 y 0.25; con velocidades de deformación de 0.1, 1 y 10  $s^{-1}$  se recogen en la tabla 3.12. A partir de estos resultados se obtienen los diagramas semilogarítmicos de Precipitación–Tiempo–Temperatura (PTT) para el acero microaleado recogidos en el Anexo entre las figuras 32A – 40A.

Tabla 3.12: Tiempos de comienzo y final de precipitación.

$\epsilon$	$T_D, ^\circ C$	Tiempo, s					
		$P_s$			$P_f$		
		0.1 $s^{-1}$	1 $s^{-1}$	10 $s^{-1}$	0.1 $s^{-1}$	1 $s^{-1}$	10 $s^{-1}$
0.05	850	341	312	268	1300	1190	1042
	900	269	242	206	956	912	873
	950	235	204	180	917	868	812
	1000	302	268	246	1051	958	886
	1050	427	386	310	1369	1256	1120
	1100	635	–	–	1761	–	–
	1150	2399	–	–	3140	–	–
0.15	850	236	211	195	903	826	746
	900	221	206	188	834	768	702
	950	207	175	163	802	726	674
	1000	278	241	204	972	885	812
	1050	373	296	234	1178	1052	988
	1100	566	–	–	1391	–	–
	1150	1790	–	–	2501	–	–
0.25	850	206	180	155	843	776	701
	900	182	157	131	787	723	655
	950	170	146	108	709	632	547
	1000	234	208	160	827	752	682
	1050	346	279	210	1087	998	906
	1100	529	–	–	1287	–	–
	1150	1258	–	–	2248	–	–

Con los resultados experimentales del tiempo para el comienzo y final de la precipitación, se llega a plantear y desarrollar en el Capítulo 4 una ecuación constitutiva que tiene en cuenta el efecto de la microadición conjunta con Nb–V, temperatura de conformado, velocidad de deformación y deformación. Esta está condicionada a que los modelos matemáticos obtenidos por diversos autores <sup>[15,81,88]</sup> no se ajustan al comportamiento de la cinética de precipitación obtenida en este acero, ya que por regla general se han determinado modelos a partir de microadiciones de un sólo elemento y no de dos como en el presente trabajo. Con esta ecuación es posible predecir bajo otras sollicitaciones el resultado del comienzo y final de la precipitación, en otras palabras su cinética. A continuación se evalúa el efecto de cada variable en la cinética de precipitación.

### 3.5.1.1 Efecto de la temperatura en la cinética de precipitación.

La figura 3.24 representa el diagrama PTT para una deformación de 0.05. Este gráfico tiene una forma característica de “C” a consecuencia de la competencia entre la fuerza motriz para la nucleación y la velocidad de difusión. La fuerza motriz empleada en la precipitación es controlada por el grado de supersaturación de los elementos precipitantes (Nb y V). Siendo la difusión de los elementos dependiente de la temperatura, a mayor temperatura de deformación los átomos tendrán una velocidad de difusión superior.

Uno de los puntos a distinguir en esta curva es su nariz, valor que se encuentra a los 950 °C y un tiempo de 235 s. Este punto se caracteriza por ser el tiempo mínimo de incubación de la precipitación, al tener un equilibrio la velocidad de nucleación y la difusión interatómica, promoviendo a que exista una precipitación más rápida. Por encima de los 950 °C, la saturación es baja con una reducida velocidad de nucleación y son necesarios tiempos más largos para que ocurra la precipitación de los carbonitruros complejos de Nb y V, enriquecidos en Nb. Sin embargo por debajo de 950 °C, la difusión de los elementos precipitadores es lenta, provocando un retraso en los tiempos en que se inicia la precipitación. A estas temperaturas las fases se encuentran enriquecidas en V, tal y como se detalla en la figura 3.3 b.

Se sabe que la precipitación inducida por la deformación ocurre debido a la supersaturación del elemento aleante. Mientras mayor es la supersaturación será superior la velocidad de nucleación y por ende se acelera la cinética de precipitación. Consecuentemente, mayor será su influencia sobre la cinética de recristalización. La concentración de Nb y V en la austenita a una temperatura igual a 950 °C es mayor que a 1100 °C, posibilitando la formación de una mayor fracción de volumen de precipitados a 950 °C (figura 3.3 b). Sin embargo a partir de los 1100 °C los elementos

están disueltos y presentan una energía muy pequeña para nuclear, sumado a la elevada fuerza y alta velocidad de recrystalización que trae consigo que los precipitados se formen un tiempo posterior al proceso de recrystalización.

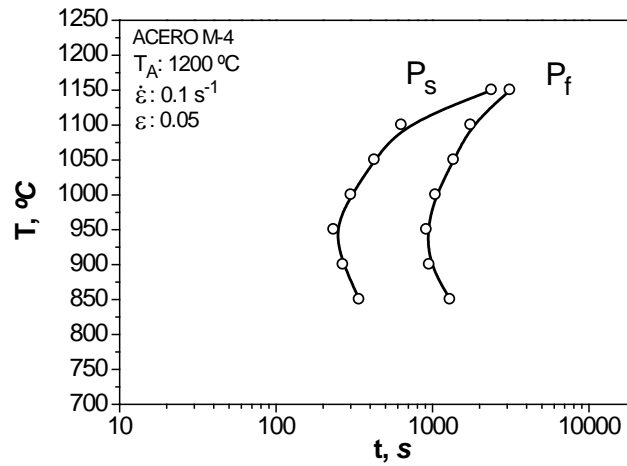


Figura 3.24: Curva PTT para una deformación de 0.05.

Este fenómeno se contrasta en las curvas de relajación a temperaturas superiores de los 1100 °C (figuras 32A – 34A), en las cuales la tensión tiende a elevarse en un corto tiempo por la formación de los precipitados. Merece destacarse que la precipitación a temperaturas mayores de los 1150 °C puede ser lenta o insuficiente como para inhibir la recrystalización. Aunque a estas temperaturas no es importante el proceso de precipitación, puesto que puede ocurrir después de transcurrir un largo tiempo y en un corto período.

Cabe mencionar que sólo se observa una curva de precipitación a pesar de estar tratando con dos elementos microaleantes.

De lo analizado con anterioridad, se puede decir que la temperatura tiene un efecto marcado sobre la cinética de precipitación. A altas temperaturas la nucleación de los precipitados es lenta, siendo más rápido su crecimiento. Sin embargo a intermedias y bajas, comienza a incrementarse la velocidad de nucleación y el crecimiento de los precipitados es lento, influyendo su cinética en el proceso de ablandamiento del acero microaleado. De forma general todos los diagramas contruidos siguen similares cinéticas (figuras 32A hasta la 40A), con clara influencia de la deformación y velocidad de deformación.

### 3.5.1.2 Efecto de la deformación en la cinética de precipitación.

Los diagramas PTT comparando diferentes deformaciones, con velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  se muestran en la figura 3.25. Es posible observar que la nariz de la curva corresponde a una temperatura de  $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , independientemente de la deformación previa aplicada. Similar resultado es el alcanzado por *Djahazi y col.* [84], en el que obtuvieron pequeñas variaciones de la temperatura de la nariz de la curva variando la deformación de un 5 al 25 % para aceros microaleados al Nb y Nb-B. Sin embargo, recientemente *Jung y col.* [154] analizando un acero microaleado con varios elementos (Ti-V-Nb) obtuvo que la nariz de las curvas PTT es la misma independientemente de la deformación aplicada.

En el actual trabajo el tiempo mínimo de incubación de la precipitación se reduce gradualmente de 235 a 170 s, con el incremento de la deformación de 0.05 a 0.25. En consecuencia, cuando se aplican mayores deformaciones trae consigo una disminución del tiempo para que aparezca la precipitación, permitiendo acelerar el comienzo de la formación de los carburos, nitruros y carbonitruros complejos de Nb-V. Un efecto análogo sucede cuando se incrementa la velocidad de deformación de  $0.1$  a  $10 \text{ s}^{-1}$ , punto a tratar en el siguiente epígrafe.

Es fácil distinguir que el tiempo de precipitación (tiempo entre el comienzo de la precipitación y el final) se reduce a medida que aumentamos la deformación. Por ejemplo, a  $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$  y una deformación previa de 0.05 la diferencia en tiempo es de 682 s; sin embargo cuando se incrementa  $\epsilon$  hasta 0.25, el valor es reducido a 540 s. Los resultados obtenidos en este trabajo tienen buena correspondencia con investigaciones previas [84,154], en la cual destacaron que ocurría una disminución del tiempo de precipitación con el aumento de la deformación.

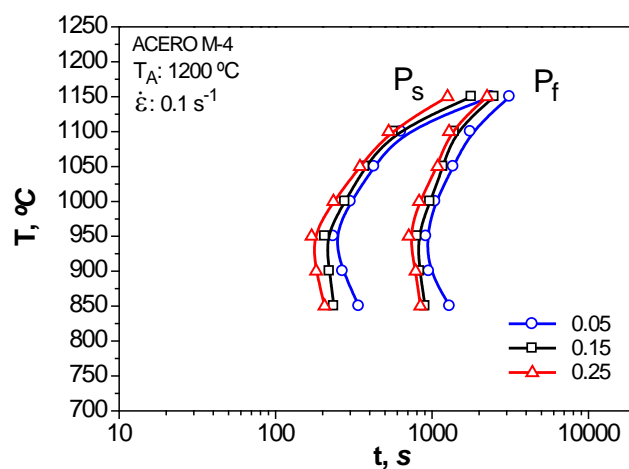


Figura 3.25: Curvas PTT a varias deformaciones.

La explicación a este comportamiento se puede atribuir a que los precipitados tienden a nuclearse con mayor facilidad en sitios de alta energía libre, tales como: dislocaciones, bandas de deformación, límites de granos, así como en la matriz. Si es aplicado un mayor grado de deformación se potencia el aumento de los sitios para la nucleación, lo que acelera el proceso de precipitación en la microestructura deformada [81,88]. El efecto de la deformación sobre el fenómeno de la precipitación se puede confirmar en la micrografía obtenida en los ensayos interrumpidos, comparando deformaciones previas de 0.05 y 0.25 para una temperatura de ensayo de 950 °C (figura 3.31).

### 3.5.1.3 Efecto de la velocidad de deformación en la cinética de precipitación.

La velocidad de deformación presenta similar influencia en la cinética de precipitación que la deformación, pero en un menor orden comparado con la deformación. Esto quiere decir, que a medida que aumentamos la velocidad de deformación la cinética de precipitación tiende a acelerarse. Esta dependencia se puede apreciar en la figura 3.26, en donde se muestra la cinética de formación de carbonitruros complejos para una deformación del 0.15 con velocidades de deformación entre 0.1 y 10 s<sup>-1</sup>. La velocidad de precipitación se acelera porque se aumenta la velocidad de generación de zonas de mayor energía libre, lo que provoca una elevada tasa de nucleación de precipitados en un tiempo más corto.

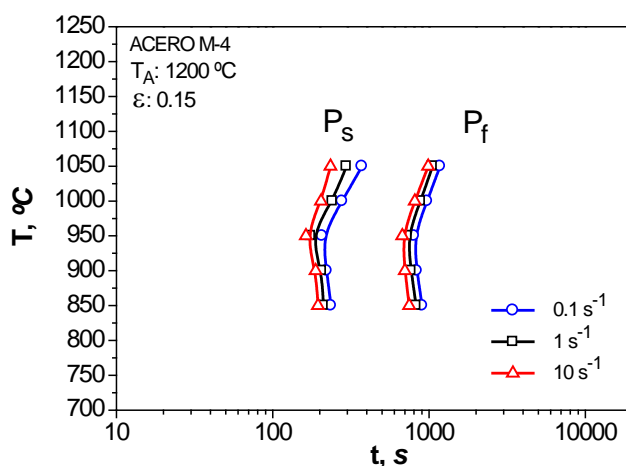


Figura 3.26: Curvas PTT a varias velocidades de deformación.

Es posible percatarse que la nariz de las curvas a diferentes velocidades de deformación coinciden en 950 °C. Esto quiere decir que esta temperatura no depende de la deformación y velocidad de deformación, sino que solamente obedece a la composición química del acero. La influencia de la composición química se discute en el siguiente epígrafe, comparándolo con estudios realizados por otros autores en aceros con composiciones semejantes a la analizada en este trabajo.

## 3.5.1.4 Efecto de la composición química en la cinética de precipitación.

Aunque en este trabajo se presenta el estudio en un acero microaleado al Nb–V, se establece una comparación de los resultados alcanzados con los obtenidos por otros autores, en el que analizan aceros con semejantes composiciones químicas y condiciones de ensayos (figura 3.27). Por ejemplo, en su estudio *Park y col.* [79] analizando un acero con mayor cantidad de Nb (0.04, % en peso), menor C (0.067, % en peso) y sin V en relación a la del acero M–4; bajo las mismas condiciones de ensayo (i.e.  $\dot{\varepsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$  y  $\varepsilon = 0.05$ ) obtuvieron parecida curva PTT.

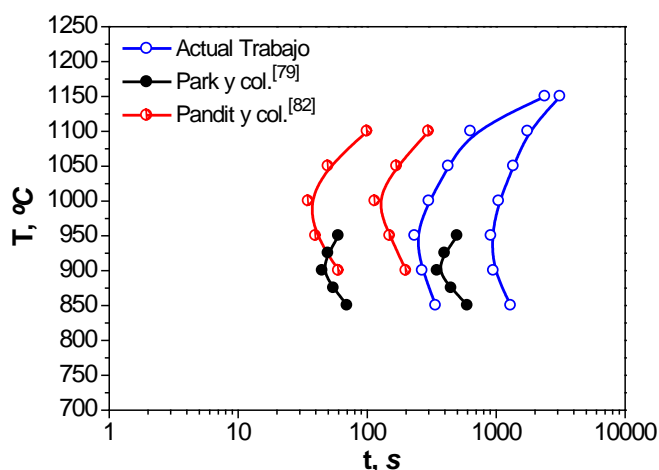


Figura 3.27: Comparación entre los resultados de este trabajo y otras investigaciones.

Estos autores llegaron a obtener una curva con cierta similitud, pero con más rápido comienzo de precipitación y un mayor tiempo de precipitación. Esto puede explicarse por el superior contenido de microaleante en la matriz, que representa un incremento de supersaturación del elemento aleante, precipitados más estables y un elevado número de núcleos potenciales para la precipitación. Todo ello contribuye a que sea más rápida la nucleación de los precipitados y, por tanto, una mayor fuerza motriz para la precipitación. Esto es coherente con la teoría desarrollada por *Dutta y Sellars* [88], en la que se predice que un aumento de la concentración de Nb acelera la precipitación.

Se ha observado en algunos estudios [79,146] que mientras mayor es el contenido de C y N se produce una precipitación en un menor tiempo, debido a una elevada sobresaturación en la solución sólida de estos átomos intersticiales. En este caso, se esperaría una cinética más rápida en el acero M–4, sin embargo es más lenta que el analizado por *Park y col.* [79]. Este comportamiento se puede deber a que este último acero no presenta en su composición V, que es un elemento que llega a retrasar la cinética de precipitación de Nb(C,N) [155]. Se verifica en este último estudio [155] que la cinética de precipitación dinámica de un acero microaleado al Nb–V es



más lenta que uno con Nb, pero más rápida que con V presentando la misma composición química base.

*Akben* <sup>[155]</sup>, en su tesis doctoral refiere que la adición del V permite reducir el coeficiente de actividad del C y del N, y a su vez este influye en que la velocidad de difusión del Nb en la austenita disminuya. De manera similar llegó a observar que la adición de Nb en un acero al V puede considerarse que incrementa la solubilidad de VN, por lo tanto, retrasa la velocidad de precipitación del VN en un acero al Nb-V por encima de los 900 °C. Llega a concluir que por encima de los 900 °C, los precipitados ricos de Nb se forman más temprano que los enriquecidos por V, en gran parte debido a la gran supersaturación que se forma en este rango de temperatura.

Otros elementos como el Mn y el Mo tienen un efecto de ralentizar la cinética, debido a que reducen la actividad termodinámica del C y N <sup>[155]</sup>. Algo observado en el actual acero es que presenta mayor % de Mn sobre el analizado por *Park y col.* <sup>[79]</sup>. En otros estudios <sup>[119,156]</sup> se ha demostrado que el Mn decrece la difusividad del Nb en la austenita. A mayor cantidad de Mn se ralentiza la velocidad de precipitación de carburos y nitruros (el Mn aumenta el límite de solubilidad del NbC en la austenita por aproximadamente 8% por cada 1% de Mn). *Akben* <sup>[155]</sup> considera que la adición de Mo retrasa la precipitación de Nb(C,N) porque incrementa la solubilidad del carbonitruro, a consecuencia del efecto directo que tiene el Mo sobre los coeficientes de actividad del Nb, C y N.

*Zhou y col.* <sup>[156]</sup> llegaron a demostrar que la adición de Si incrementa la actividad del C y del N, y la difusión del Nb en la austenita, decreciendo la solubilidad del Nb(C, N). Esta relación da como resultando una supersaturación adicional, incrementando la fuerza de pinzamiento, y por ende la cinética de precipitación se acelera. Por otra parte el Si reduce la solubilidad de los precipitados por aproximadamente el 50 % por cada 1 % de Si agregado <sup>[157,158]</sup>. En los casos citados la variación del inicio de la precipitación se debe a la adición de otros elementos (i.e. Mn, Mo, V, Si y otros), que influyen directamente en la solubilidad y difusividad de los elementos precipitadores.

La nariz de la curva obtenida por *Park y col.* <sup>[79]</sup> presenta 50 °C por debajo de la del acero estudiado en este trabajo. Este resultado se puede deber al más bajo carbono que ostenta el acero analizado por *Park y col.* <sup>[79]</sup> que representa la mitad del ensayado, a más bajo carbono la temperatura de formación de precipitados es inferior.

Otros investigadores, *Pandit y col.* <sup>[82]</sup> realizaron un estudio de la cinética de precipitación en un acero microaleado con Nb-V de similar composición química (% en peso en C, Mn, Si, Cr y N), pero con condiciones de ensayo diferentes a la evaluada (i.e.  $\dot{\epsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.4$ ). Estos determinaron un comportamiento de la cinética de precipitación semejante al de este trabajo, con

diferencia en la nariz de la curva y el comienzo de la precipitación. El comienzo de la precipitación ocurre en menor tiempo que para este estudio, lo que indica que las condiciones de deformación y la microaleación con mayor contenido de Nb (0.035, % en peso) y V (0.125, % en peso) tienen una fuerte influencia sobre la precipitación.

La mayor concentración de elementos aleantes puede ser uno de los principales motivos por lo que ocurre una más rápida cinética de precipitación al igual que la variación de la temperatura de la nariz de la curva. A esta misma conclusión llegaron *Liu y col.* <sup>[80]</sup>, en el cual obtuvieron que modificando la cantidad de Ti (desde 0.05 hasta 0.25, % en peso), es posible aumentar la temperatura de la nariz de la curva de precipitación desde los 850 hasta los 1000 °C. La explicación encontrada a esta variación fue de que una alta concentración de elementos formadores de precipitados, producen una elevada fuerza precipitadora a más alta temperatura, y ésta también acelera la cinética de precipitación así como el tiempo de precipitación.

Otra explicación de la más alta temperatura de la nariz se puede deber a que el acero analizado por *Pandit y col.* <sup>[82]</sup> no presenta en su microaleación Mo, elemento que compone el acero estudiado en este trabajo. Reporta en su estudio *Djahazi y col.* <sup>[84]</sup> que la adición de Mo a un acero microaleado con Nb permite descender la temperatura de la nariz en aproximadamente 40 °C, diferencia que se aproxima a la obtenida.

A una temperatura de 1150 °C no se esperaría en el acero analizado la formación de precipitados que interfieran en el ablandamiento del material, puesto la temperatura a la cual teóricamente se disuelven es aproximadamente igual a 1149 °C (calculada según la ecuación de *Turkdogan* <sup>[117]</sup>). Esta evidencia experimental contraria a la dispuesta en la teoría <sup>[117]</sup> está sustentada en que la adición de V en el acero microaleado con Nb incrementa la solubilidad del Nb(C,N) <sup>[155]</sup>; como también si se incorpora en el acero Mn, Mo puesto permiten una reducción del coeficiente de actividad del C y del N <sup>[155]</sup>, elementos que no se tienen en cuenta en los cálculos previos usando la ecuación de *Turkdogan* <sup>[117]</sup>. Sin embargo, los resultados experimentales coinciden con los calculados mediante Factsage. En este programa se esperan que se formen precipitados hasta una temperatura de 1200 °C. Claro está que la fracción formada a esta última temperatura es muy pequeña y no se esperaría una influencia significativa (figura 3.3 b).

*Dutta y col.* <sup>[88]</sup> y luego *Liu y col.* <sup>[81]</sup> sugieren que la precipitación inducida por la deformación en la austenita deformada ocurre principalmente en los límites de grano y las dislocaciones desarrolladas por la deformación. Por ello concluyen que el tamaño de grano austenítico puede ser un factor dominante que influye en la cinética de precipitación, influencia que no ha sido estudiada en este acero.

### 3.5.2 Resultados de las pruebas de relajación de tensiones interrumpidas.

Los ensayos de relajación interrumpidos fueron efectuados para comprobar mediante micrografías analizadas por FESEM, si los tiempos determinados a través del método de relajación de tensiones se corresponden con el comienzo y fin de la precipitación. Para ello se ensayaron primero dos niveles de temperaturas (950 y 1100 °C), con una deformación de 0.05 a diferentes tiempos de temple (i.e. 200, 300, 1000 y 3000 s). En la segunda etapa solamente a 950 °C, pero incrementando la deformación previa hasta 0.25. Similar análisis se realizó en aceros microaleados <sup>[158]</sup>, pero las muestras fueron examinadas mediante TEM para comprobar el método de relajación. *Venadi y col.* <sup>[159]</sup> obtuvieron parecidas distribuciones de partículas precipitadas empleando la misma técnica a la aquí usada para analizar la distribución de los precipitados, analizando aceros microaleados al Nb/V. Esto quiere decir que el método de análisis de los precipitados por FESEM es una técnica alternativa que puede brindar resultados favorables en comparación al TEM ampliamente empleada. Esta demanda menor tiempo de preparación de las muestras, un corto período de análisis y menores gastos en general. Aunque presenta el inconveniente de que no se pueden observar precipitados tan pequeños como en TEM.

En la figura 3.28 se muestra esquemáticamente el diagrama PTT para una predeformación de 0.05, representando además las temperaturas y los tiempos a los cuales se efectuaron los temple de las probetas en los ensayos de relajación. En esta figura se observa que a 200 s y 950 °C no existe precipitación, lo cual se confirma por medio de la micrografía mostrada en la figura 3.29 a). Sin embargo, se observa a los 300 s la presencia de pequeños precipitados distribuidos aleatoriamente (figura 3.29 c), resultado que corrobora el comienzo de la precipitación obtenido por el ensayo de relajación de tensiones. A tiempos más largos (i.e. 1000, 3000 s) estos precipitados tienden a coalescer, o sea a crecer por medio de mecanismos de difusión de átomos, aunque se aprecia que a esta temperatura no existe un incremento considerable del tamaño de las partículas con el tiempo.

A 1100 °C (figura 3.28) el comienzo de la precipitación ronda sobre los 1000 s, este tiempo de inicio de precipitación se logra confirmar con la microestructura de la figura 3.29 f), reflejando una distribución de precipitados en la matriz que han nucleado y crecido. A esta temperatura los precipitados crecen más rápido debido al proceso de difusión y una vez que crecen suficientemente, la recrystalización prosigue su curso. Como resultado se observa la caída de tensión en la curva de relajación (Figura 3.2A).

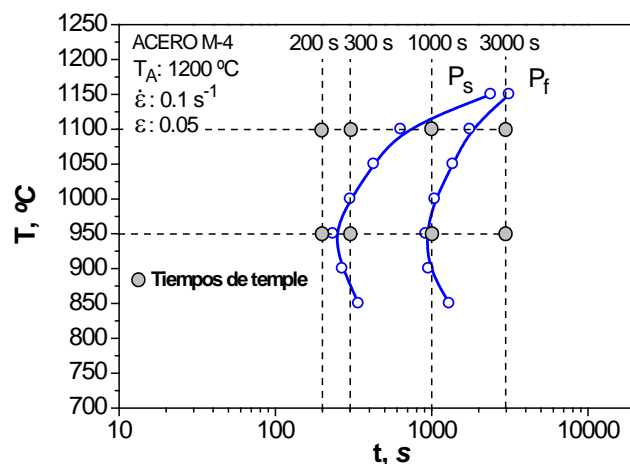


Figura 3.28: Curva PTT para una deformación de 0.05 con temple intermedios.

En la figura 3.29 se distinguen diferentes morfologías de los precipitados embebidos en la matriz, clasificadas en varios trabajos como: irregulares, esferoidales, cuboidales y finos [120–122]. Estas morfologías son similares a las observadas por *Shanmugam y col.* [120,121] en el laminado convencional de un acero microaleado. También *Reip y col.* [122] obtuvieron en su análisis mediante TEM de un acero microaleado al Nb–V partículas que concuerdan con la de este trabajo. Por ejemplo, ellos identificaron que las del tipo esféricas e irregulares pertenecían a carbonitruros complejos de Nb–V, las cuboidales a los nitruros de Nb–V y los precipitados finos a carburos de Nb–V.

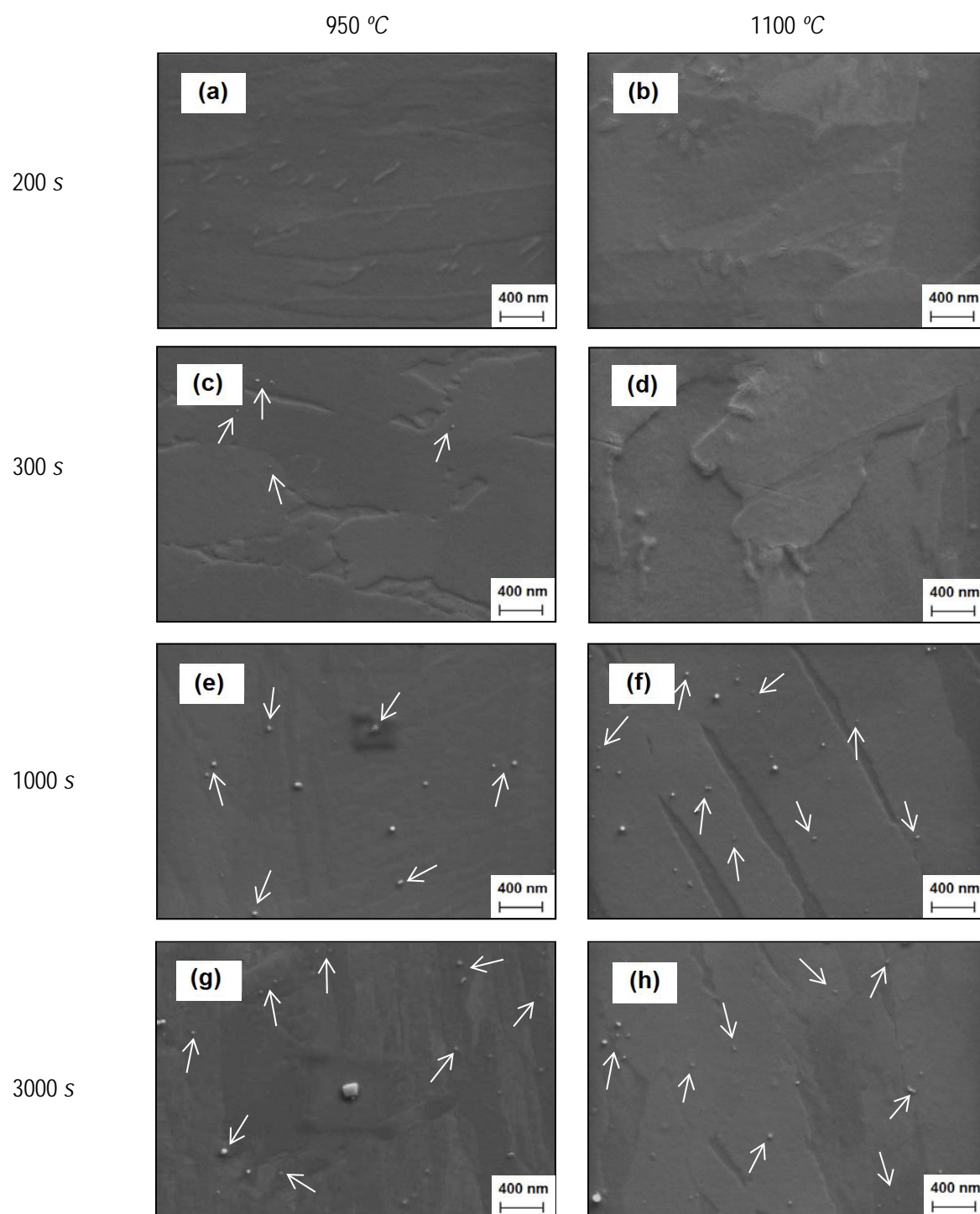


Figura 3.29: Evolución de los precipitados a diferentes tiempos y temperaturas con una deformación de 0.05.

Como se comentó anteriormente, con el fin de verificar la coincidencia del estado de precipitación determinado mediante los ensayos termomecánicos y lo observado microestructuralmente a mayor deformación, se efectuaron ensayos interrumpidos a 950 °C, con  $\epsilon$  igual a 0.25 y tiempos de relajación de 100, 200, 300 y 1000 s. La figura 3.30 muestra las curvas PTT bajo las dos condiciones de deformación analizadas (i.e. 0.05 y 0.25).

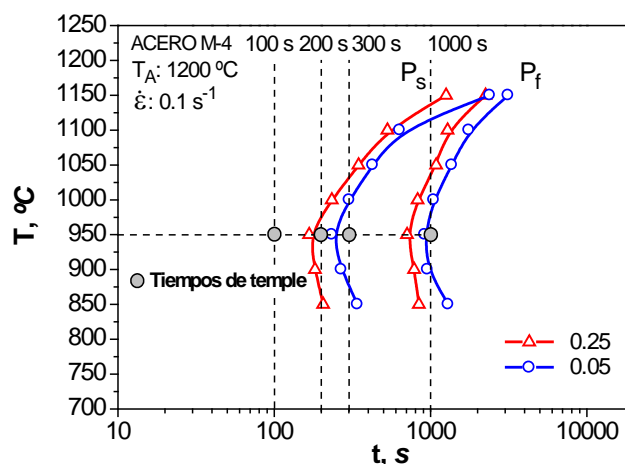


Figura 3.30: Curva PTT para deformaciones de 0.05 y 0.25 con temples intermedios.

Se observa en la figura 3.30 que la nariz de los diagramas PTT obtenidos se ubica a una temperatura de 950 °C, independientemente de la deformación aplicada. En este punto el tiempo de comienzo de la precipitación es más rápido que para otras condiciones. En la figura 3.31 c) se observa que para una deformación de 0.05 y 200 s no existen precipitados, sin embargo a los 300 s empieza a formarse pequeñas partículas en lugares aislados (figura 3.31 e).

Si aumentamos la deformación hasta 0.25 el comienzo de la precipitación se sitúa sobre los 200 s (figura 3.31 d), resultado que se acerca al determinado en la curva PTT de unos 170 s. Todas las micrográficas obtenidas por FESEM confirman los resultados arrojados por el método de relajación de tensiones, con claras evidencias de la disminución del tiempo de comienzo de la precipitación cuando aumentamos la deformación aplicada. Similares conclusiones fueron reportadas por *Djahiazi y col.* [84] en un acero microaleado al Nb+B, en la que obtuvieron que un incremento de la deformación acelera la cinética de precipitación, siendo confirmado este hecho posteriormente por *Jung y col.* [154].

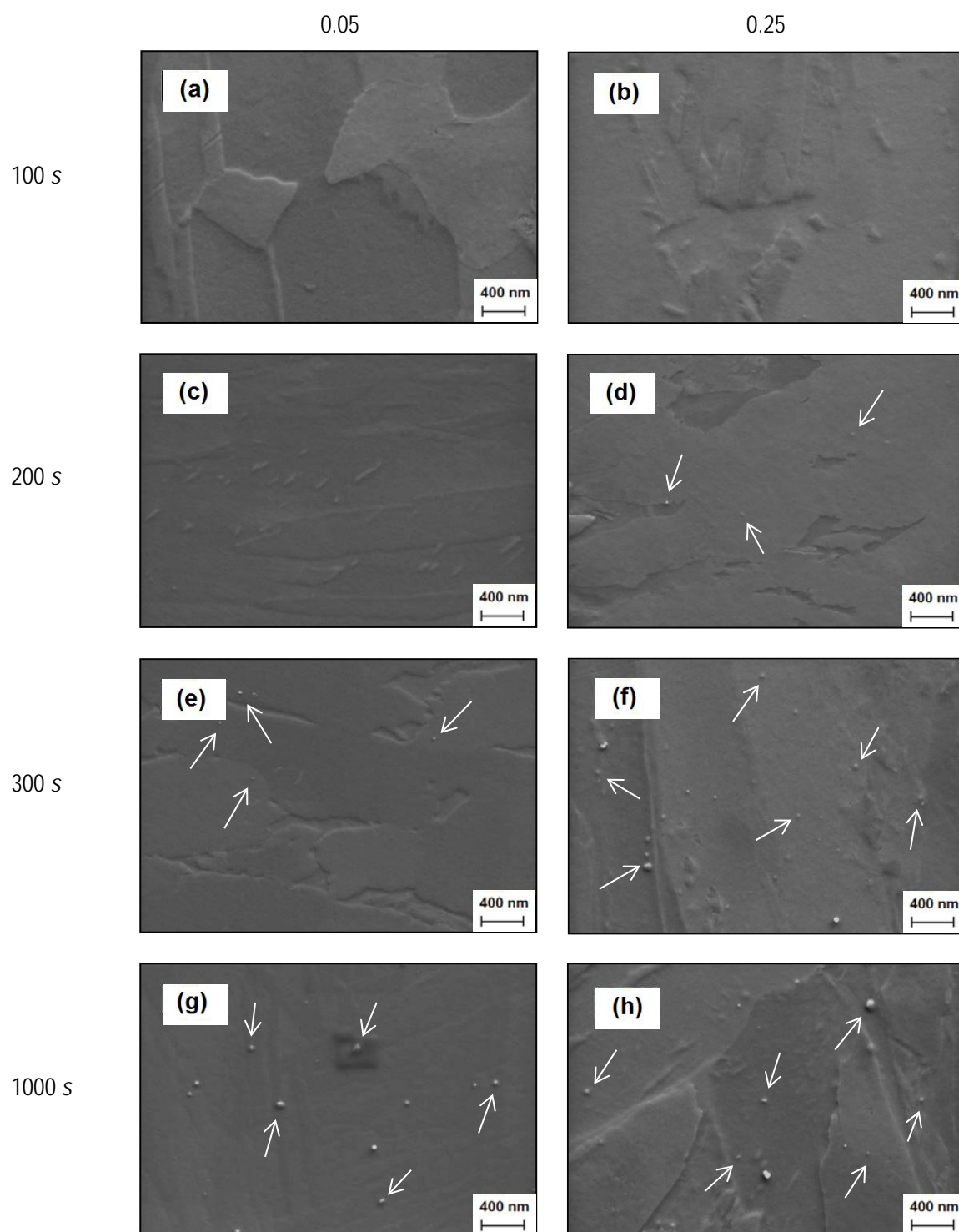


Figura 3.31: Evolución de los precipitados a diferentes tiempos y deformaciones a 950 °C.

De acuerdo con los cálculos efectuados por el programa FactSage, los precipitados en equilibrio que pueden obtenerse a 950 °C se corresponden a carbonitruros, carburos y nitruros complejos de Nb y V. Sin embargo para 1100 °C se presume que existan carbonitruros complejos, con una pequeña concentración de V.

Es necesario aclarar que las diferencias existentes entre los resultados del ensayo de relajación con las micrografías se deben a que en las imágenes reveladas mediante FESEM no es posible observar precipitados muy pequeños, menores a los 5 nm, que nuclea y crecen en la matriz deformada. Por la elevada sensibilidad del método de relajación de tensiones, se puede localizar el inicio de la precipitación ya que ocurre un cambio de la pendiente durante el proceso de ablandamiento. Aunque existan algunas divergencias entre los resultados de los tiempos entre estos dos métodos, la diferencia existente es muy pequeña; por lo que se puede especificar que es posible delimitar correctamente el comienzo y final de precipitación mediante el método de relajación de tensiones.

La precipitación en el acero juega un papel fundamental, tanto en el proceso de la nucleación como durante el crecimiento del grano recrystalizado. La fuerza de pinzamiento de las partículas decrece con el tiempo en la recrystalización de la austenita, puesto el tamaño promedio de estas se incrementa por procesos de difusión hasta un tamaño que son incapaces de frenar el ablandamiento. Por lo que el tamaño de las partículas y su distribución, determinarán si éstas inducen a la nucleación o si al contrario pueden llegar a inhibir la migración de las fronteras de los granos por pinzamiento de las mismas.

Wei <sup>[160]</sup> explica que la estimulación de la nucleación por las partículas ocurre cuando los precipitados son de gran tamaño (entre 100 – 300 nm), mientras que el pinzamiento de las fronteras (conocido como el efecto Zener) es un efecto de los precipitados pequeños (entre 5 – 20 nm). Aunque Park y col. <sup>[79]</sup> comentan que precipitados menores a 50 nm dan como resultado que se inhiba la recrystalización, resultando una recrystalización retardada y una cinética de ablandamiento más lenta.

Se observa en la figura 3.31 que para un tiempo de 1000 s variando la deformación hasta 0.25 el tamaño de los precipitados es mayor que para una condición de menor deformación, resultado coherente puesto la cinética de precipitación es acelerada a mayor deformación. Este resultado concuerda con el obtenido en el ensayo de relajación de tensiones (figura 3.4A, e), para un tiempo de 1000 s la tensión en la curva decrece a consecuencia de que los precipitados son incapaces de retener la migración de los límites de grano. El comienzo de la disminución de la tensión en esta



curva se encuentra a los 709 s para una deformación de 0.25, mientras que para 0.05 comienza a 917 s (tabla 3.12). Este resultado muestra que los tamaños de partículas conseguidos a 1000 s favorecen que prosiga el ablandamiento del material, siendo los precipitados lugares preferentes de nucleación de nuevos granos si estos son lo suficientemente grandes.

En el estudio realizado por *Shanmugam y col.* <sup>[120,121]</sup> llegaron a obtener que la densidad de precipitación es significativamente mayor y de menor tamaño de partículas en aceros con varios elementos microaleantes (i.e. Ti-V-Nb) comparado con los microaleados al V. Esta característica es muy importante a la hora de que los precipitados se formen en la matriz del acero. Mientras menores tamaños de partículas y mayores densidades de precipitación es posible obtener una meseta de precipitación más estable como las obtenidas en este trabajo a temperaturas iguales o menores de los 1050 °C.

Los dos casos acontecen en el acero estudiado, mientras ocurre la precipitación inducida por la deformación de pequeñas partículas estas intervienen en el retraso del ablandamiento del material, hasta que llegan a crecer. Se puede observar en las figuras 3.29 y 3.31 que las partículas obtenidas en todas las micrografías en el rango de tiempo donde se encuentra las mesetas de precipitación son aproximadamente menores a 50 nm, valor que se ha tomado como límite para que el efecto de pinzamiento desaparezca. Mientras que si transcurre un tiempo superior al de la meseta de precipitación los tamaños son superiores a los 50 nm.

Es posible percatarse que el número de partículas tiende a crecer cuando aumenta la deformación, así como disminuye el espaciado entre ellas para la misma condición establecida. Así el efecto Zener más acusado se obtiene a mayores deformaciones, aunque también acelera el proceso de la recrystalización antes y posteriormente a la precipitación. A tiempos mayores del final de precipitación es posible asegurar que los precipitados coalescidos llegan a influir en la cinética de recrystalización, puesto que son sitios preferentes de nucleación de nuevos granos.

En la figura 3.32 se muestra un espectro de rayos X realizado a 950 °C con el objetivo de comprobar la composición química de los precipitados. Se puede confirmar que el precipitado analizado es del tipo complejo de (Nb,V)(C,N). En éste acero se obtiene que los precipitados complejos de Nb-V presentan una morfología del tipo irregular, aunque también pueden ser esféricos. Como se observa en las figuras 3.29 y 3.31, la mayoría de los precipitados obtenidos presentan la morfología antes descritas.

*Jung y col.* <sup>[154]</sup> estudiando mediante TEM la cinética de precipitación inducida por la deformación a 950 y 1000 °C, obtuvieron que se formaban en la matriz precipitados complejos del tipo

(Ti,Nb)(C,N). También *Crooks y col.* [161] estudiando la precipitación en dos aceros al Nb–V con similares composiciones a la aquí estudiada, llegan a presentar que se forman en la matriz precipitados complejos. Analizando la morfología mediante TEM concluyeron que precipitaban carbonitruros mixtos de (Nb,V)(C,N), puesto los precipitados del tipo Nb(C,N) y V(C,N) son isomorfos y solubles, corroborando este hecho mediante el análisis por EDX.

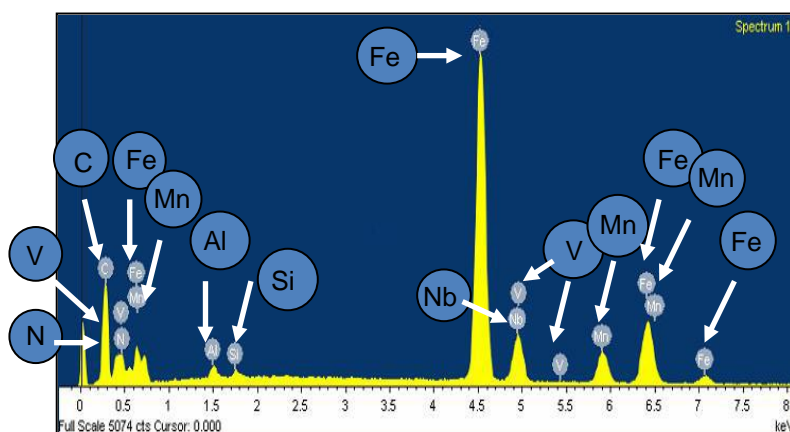


Figura 3.32: Espectro realizado para determinar el tipo de precipitado.

Similar análisis efectuado mediante FESEM fue descrito por *Wei* [160] estudiando la cinética de precipitación inducida por la deformación de un acero microaleado al Nb en la ferrita. Mediante el mismo procedimiento de microanálisis observó que el número de precipitados decrece y el tamaño es incrementado cuando aumentamos la deformación. Este comportamiento se puede deber a que la etapa de precipitación analizada no se corresponden a una misma fase de tiempo. O sea, si se analiza un tiempo mayor donde actúa la precipitación estos coalescen y crecen a expensas de los demás, lo que trae consigo que estos precipitados sean de mayor tamaño y menor número. Sin embargo, cuando evaluó el tiempo de precipitación obtuvo que mientras se incrementaba el número de los precipitados su tamaño también aumenta, especialmente para tiempos muy largos. Empleando la difracción de rayos X confirmó la presencia de precipitados muy pequeños entre 20 y 50 nm de Cu, así como partículas mayores de los 50 nm que pertenecen a carbonitruros complejos de Nb.

### 3.6 Comparación entre la precipitación dinámica con la estática.

En este trabajo se ha estudiado mediante técnicas mecánicas dos tipos de precipitaciones en el acero microaleado que afecta directamente el proceso de ablandamiento y la microestructura resultante. La primera ocurre conforme se está deformando el material (precipitación dinámica), mientras que la segunda se produce un tiempo posterior a la deformación (precipitación estática, la cual puede estar eventualmente acelerada por la deformación previa).

Mediante ensayos de compresión simple se determinó las condiciones de conformado donde empieza a intervenir el proceso de precipitación dinámica, presentándose estos resultados en los epígrafes 3.3.1.1 y 3.3.1.2. No obstante, para establecer el comienzo de la precipitación dinámica es necesario construir el diagrama PTT equivalente. *Weiss y Jonas* <sup>[93,162]</sup> por medio del análisis de las curvas de fluencia plantearon una técnica que permite la construcción de la curva PTT dinámica. Ésta establece que el inicio de la precipitación dinámica se determina calculando el momento en que la relación  $\varepsilon_P$  vs.  $\dot{\varepsilon}$  se desvía de la tendencia general (ver figura 3.7), y calculando ese tiempo como  $t = \varepsilon_P / \dot{\varepsilon}$ .

Usando este método se construyó la curva de precipitación dinámica. En la figura 3.33 se recogen a modo de ejemplo las curvas de precipitación dinámica y las de precipitación estática acelerada por la deformación bajo tres niveles de deformación (i.e 0.05, 0.15 y 0.25) y tres velocidades de deformación. Se observa que el comienzo de la precipitación dinámica se acelera en relación a la precipitación estática, presentando una diferencia entre los tiempos de precipitación de hasta casi dos órdenes de magnitud.

Las diferencia de tiempos encontradas en este trabajo son superiores a las obtenidas por *Weiss y Jonas* <sup>[93]</sup> tras analizar un acero microaleado al Nb. Estos autores demostraron que el comienzo de la precipitación dinámica es más rápido en un orden de magnitud que para la precipitación estática.

Si se compara el comienzo de la precipitación dinámica del acero analizado en este trabajo con la presentada por *Weiss y Jonas* <sup>[93]</sup> en un microaleado al Nb, se observa que el inicio de la precipitación del actual material es más lento en un orden de magnitud que para el reportado en este artículo. Este resultado es coherente con lo establecido en otras investigaciones puesto que la precipitación dinámica de un acero microaleado al Nb-V se ralentiza en comparación con uno que sólo presente Nb <sup>[155]</sup>. La adición de V en un acero al Nb, así como la influencia de elementos como el Mn y el Mo reducen significativamente la difusión del Nb y afecta directamente el

coeficiente de actividad del C y del N, trayendo como resultado una cinética de precipitación más lenta.

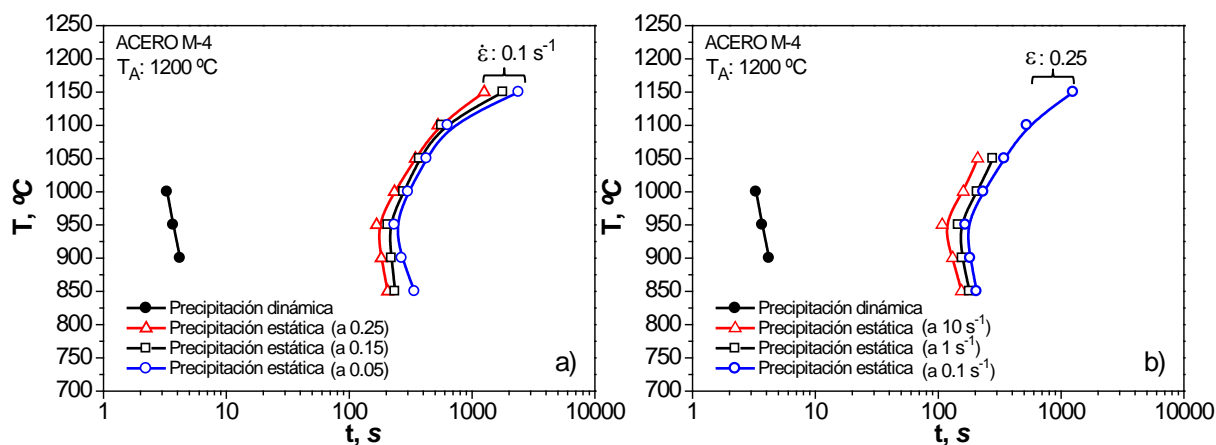


Figura 3.33: Comparación entre la precipitación dinámica y la estática.

Ahora bien, se observa en la figura 3.33 a) que aunque se aplique una deformación cercana a la deformación de pico la cinética de precipitación estática es mucho más lenta que para la dinámica. Sin embargo si se incrementa la velocidad de deformación (figura 3.33 b) el comienzo de la precipitación estática tiende a ser acelerado, aunque su magnitud no varía significativamente como para igualar los tiempos de la precipitación dinámica. Este comportamiento podría estar directamente relacionado con los lugares de nucleación de los precipitados. Es conocido que uno de los lugares preferentes de nucleación de estas partículas son los límites de grano y que cuando se aplica deformaciones superiores a la crítica se produce la recrystalización dinámica con la generación de granos muchos más pequeños que los producidos en la recrystalización estática. Ello aumenta sobremano la cantidad de lugares de nucleación disponibles lo que se traduce en una cinética de precipitación mucho más rápida.

Se observa en la figura 3.33 que la posible nariz de la curva de la precipitación dinámica se encuentra sobre los 1000 °C, sin embargo cuando la precipitación pasa a ser estática ésta temperatura se mantiene a los 950 °C, independientemente de la deformación impuesta. A este mismo resultado llegan Weiss y Jonas<sup>[162]</sup> en su investigación, reflejando que la temperatura de la nariz de la curva para una precipitación dinámica es ligeramente superior a la estática, presentando las curvas de precipitación morfologías muy semejantes a las exhibidas en este trabajo.

### 3.7 Diagramas Recristalización – Precipitación – Tiempo – Temperatura.

Partiendo de los resultados experimentales se pueden confeccionar los diagramas de Recristalización – Precipitación – Temperatura – Tiempo (RPTT) empleados para comprender la interacción entre el fenómeno de recristalización estática y/o metadinámica, en conjunto con el de precipitación estática acelerada por la deformación. En estos gráficos se representan los tiempos que corresponden con diferentes fracciones recristalizadas ( $X_{0.05}$ ,  $X_{0.5}$  y  $X_{0.95}$ ) a determinada temperatura, así como los de comienzo y final de la precipitación inducida por la deformación ( $P_s$  y  $P_f$ ), respectivamente. Las curvas de inicio y fin de precipitación muestran cuando actúa el proceso de precipitación representado como una meseta en los diagramas de fracción recristalizada analizados con anterioridad (epígrafe 3.4).

La precipitación inducida por la deformación en una austenita microaleada puede retrasar tanto el inicio como el progreso de la recristalización. Existe una fuerte interacción entre los ablandamientos estáticos y la precipitación en el acero M-4, sobre todo por debajo de los 1050 °C. Cuando la fuerza de precipitación o anclaje es mayor a la fuerza impulsora de la recristalización ( $F_P > F_R$ ), el movimiento de los límites de grano es completamente restringido. Cuando sucede todo lo contrario ( $F_P < F_R$ ) los precipitados no ejercen ningún efecto en la migración de los límites de grano. Sin embargo, cuando las dos fuerzas son de igual magnitud los límites pueden migrar a una reducida velocidad, por lo tanto el progreso de la recristalización es retardado. Estas condiciones cambian con la variación de la temperatura, tiempo, velocidad de deformación y deformación cuando el material se ablanda.

Se ha comprobado en esta investigación que los tiempos de inicio y final de precipitación determinados por el método de las tangentes coincide con los delimitados mediante el método empleado para hallar la cinética de ablandamiento. Estos resultados han permitido construir los diagramas RPTT con buena aproximación, observando la dependencia de la velocidad de deformación y deformación, analizando un amplio rango de variación de los parámetros de conformado superior a estudios previos [147,148,163].

Para confeccionar los diagramas RPTT es necesario determinar además la temperatura límite de no recristalización o *temperatura crítica de recristalización estática* (SRCT). En base a los resultados experimentales de fracción recristalizada se determinó la temperatura SRCT siguiendo la metodología descrita por Medina y col. [59,148]. Para ello, primero se estableció que la intersección de las líneas de fracción recristalizada con la curva de comienzo de la precipitación pertenecen a las temperaturas de inicio de la precipitación. Para cada fracción recristalizada se

determinó entonces la temperatura a la cual comienza la precipitación, ubicándose la temperatura SRCT en la intersección entre la tendencia lineal de estas temperaturas con la fracción recrystalizada del 100 %.

En la figura 3.34 se muestra a manera de ejemplo la forma de determinar las temperaturas críticas (SRCT). Se aprecia que dependen de los parámetros de conformado (i.e. velocidad de deformación y deformación). Cuando se incrementa la velocidad de deformación y la deformación la temperatura SRCT tiende a decrecer, teniendo una mayor influencia la magnitud de la deformación, tal y como obtienen en su investigación *Medina y col.* [59,148].

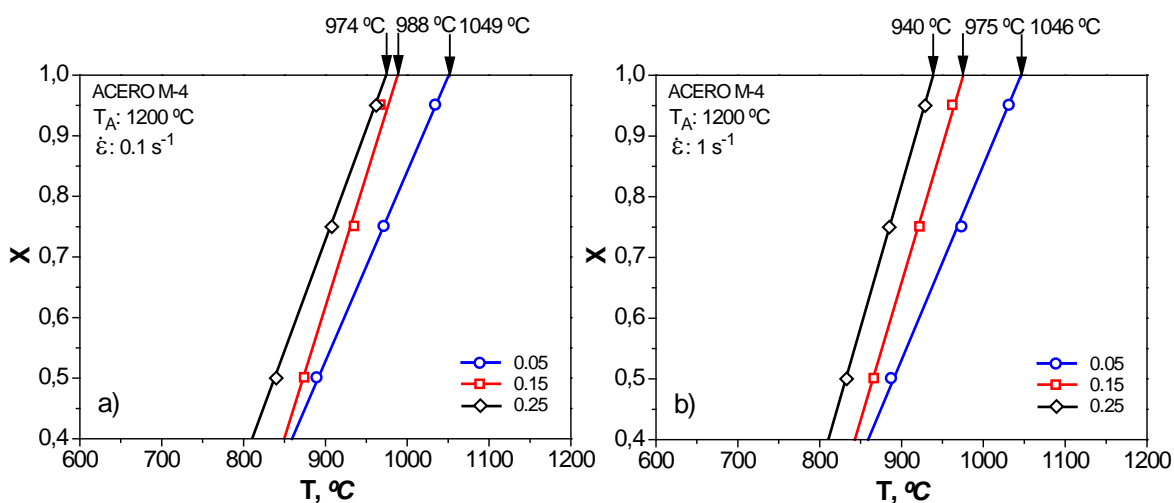


Figura 3.34: Cálculo de las temperaturas críticas SRCT.

Es posible observar en la figura 3.34 que para deformaciones pequeñas (i.e. 0.05) la temperatura crítica no presenta grandes diferencias con el incremento de la velocidad de deformación. Sin embargo cuando aumentan los niveles de deformación (i.e. 0.15 y 0.25) la variación entre las temperaturas es más amplio.

Una vez determinada la temperatura crítica se procede a construir los diagramas RPTT, empleando para su confección los resultados de los tiempos de comienzo y final de precipitación, al igual los de recrystalización en función de la temperatura presentados con anterioridad. En la figura 3.35 se representan los diagramas RPTT variando la velocidad de deformación y la deformación previa. De estos gráficos se puede observar que el comienzo del ablandamiento es más rápido cuanto mayor es la predeformación (figura 3.35 b, d y f), existiendo una alta variación entre la temperatura límite de no recrystalización (SRCT) cuando aumenta la deformación, tal y como se obtuvieron en estudios previos [147,148,163]. Para el caso de menor deformación (i.e. 0.05) la temperatura en la cual se logra un grano deformado es por debajo de 1049 °C (figura 3.5 a), sin

embargo cuando la aumentamos hasta 0.25 (figura 3.5 b), se alcanza a bajar la temperatura a unos 974 °C. Si aumentamos la deformación también el inicio de la precipitación se mueve hacia tiempos más cortos, comportamiento explicado en el epígrafe 3.5.1.2.

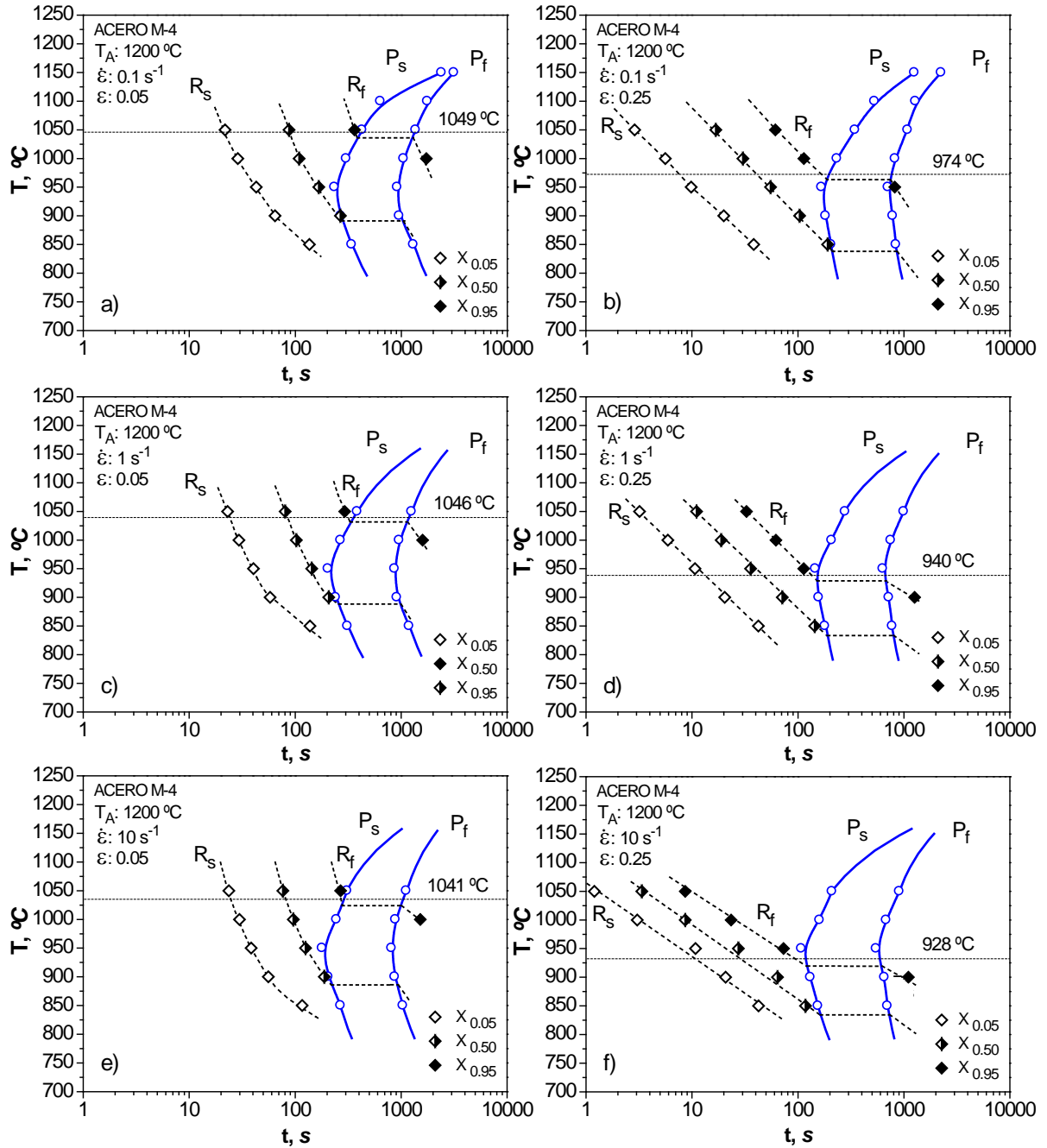


Figura 3.35: Diagramas RPTT variando la velocidad de deformación y las deformaciones.

Los resultados experimentales para una deformación de 0.25 y velocidad de deformación de  $0.1 \text{ s}^{-1}$  arrojan que a temperaturas superiores de los  $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$  el tipo de recristalización que actúa es un mecanismo mixto SRX + MDRX (figura 3.35 b), pero por debajo de esta temperatura está presente la SRX. Esto quiere decir que al ocurrir el mecanismo mixto en el material son necesarios tiempos menores para que recristalice, puesto los núcleos son heredados de la DRX. En estos casos la velocidad de recristalización es mayor que la de precipitación, retardando aún más el comienzo de la precipitación. Por este motivo la temperatura SRCT tiende a decrecer en gran medida aunque sea lenta la velocidad de deformación.

Como se comentó en la figura 3.35 se representan comparativamente los diagramas construidos variando las velocidades de deformación superiores. Se observa que el incremento de la velocidad de deformación condiciona a que los tiempos de recristalización y precipitación sean acelerados, lo cual tiende a modificar en algunos aspectos este diagrama.

Aunque los diagramas RPTT de la figura 3.35 bajo un mismo nivel de deformación tengan comportamientos semejantes, si se aumenta la velocidad de deformación tanto el inicio del ablandamiento como el de precipitación se desplazan a tiempos menores, sobre todo a mayores deformaciones. No solamente ocurre este comportamiento, sino que también disminuye la temperatura a la cual la precipitación inducida por la deformación interviene durante el proceso de recristalización. Por ejemplo, para una deformación de 0.05 es posible recristalizar el material el 100 % por encima de los  $1041 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (figura 3.35 e), y si se incrementa a 0.25 (figura 3.5 f) sucede a temperatura superior de los  $928 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . El comportamiento del diagrama RPTT para una predeformación de 0.15 es intermedio a las dos explicados anteriormente.

Tras el análisis de las curvas RPTT se llega a observar que con un incremento de la deformación y la velocidad de deformación es posible disminuir la temperatura límite SRCT a la cual se puede conseguir una microestructura austenítica completa o parcialmente deformada en el acero microaleado al Nb-V, así como acelerar los procesos de recristalización y precipitación. Pero de los dos parámetros es la deformación la que presenta mayor influencia sobre la variación de la magnitud de SRCT.

Estos diagramas construidos en esta investigación ofrecen clara similitud con los presentados por Gómez <sup>[164]</sup> en su tesis doctoral, en la cual analizó varios aceros microaleados de forma independiente al Nb, V y otros elementos. Llega a concluir que un aumento de la deformación favorece que las curvas de precipitación se desplacen hacia tiempos menores, al igual que la temperatura SRCT cuando varió la deformación desde 0.35 a 0.20, manteniendo constante la



velocidad de deformación. Este autor aunque analiza valores de deformación aproximados, presenta la misma correspondencia de la disminución de la temperatura límite para la recrystalización estática que la de este trabajo. Aunque las temperaturas alcanzadas no presentan grandes diferencias como a las aquí obtenidas, y esto se debe a que los estados de deformación analizados son muy semejantes.

*Erisir* <sup>[163]</sup> en el estudio del diagrama RPTT para una acero de medio carbono microaleado al Nb–V–Ti, en condiciones de deformación igual a 0.35 y velocidad de deformación de  $10\text{ s}^{-1}$  obtuvo una temperatura SRCT de 960 °C. Es posible percatarse que bajo semejante condición de deformación en el acero analizado se obtiene una temperatura SRCT muy próxima a la detallada en el estudio anterior, lo que nos lleva a concluir que la velocidad de deformación es un parámetro que influye en el valor de la temperatura límite.

De manera general por encima de la temperatura de solubilidad calculada de 1200 °C, la precipitación es termodinámicamente imposible y no ocurre la influencia de la precipitación durante el ablandamiento estático. Basado en los resultados experimentales existen tres rangos diferentes de temperatura en los diagramas RPTT mostrados anteriormente:

- Rango I: por encima de 1049 ó 1041 °C (para baja deformación, 0.05), la recrystalización finaliza antes de que comience la precipitación. En el caso de mayor deformación previa (i.e. 0.25) ésta debe ser superior a los 974 ó 928 °C según la velocidad de deformación. Bajo estas condiciones el final de la SRX no se retarda a consecuencia de la precipitación, pero sí por el efecto soluto, aunque los precipitados puedan influir en el posterior proceso de engrosamiento de la microestructura. En esta fase la precipitación se tiende a demorar a consecuencia de que el proceso de recrystalización elimina las dislocaciones creadas por la deformación, que es uno de los principales lugares de nucleación de la precipitación. En este rango los precipitados tiende a frenar el crecimiento de grano austenítico después de haber recrystalizado el material.
- Rango II: entre 1049 ó 1041 °C hasta 890 ó 875 °C (para baja deformación, 0.05), la precipitación tiene lugar después del inicio de la recrystalización, cuando la fracción ablandada ha sido igual o superior al 50 %, pero antes de que esta se complete. Por lo tanto, el final de la recrystalización es retrasado por el efecto soluto y precipitado. Es evidente que la curva de  $R_f$  es desviada de su tendencia inicial, y esto da como resultado una prolongación del tiempo donde concluye la recrystalización. Sin embargo, cuando se incrementa la deformación a 0.25 tiende a bajar las temperaturas desde 974 ó 928 °C hasta 850 ó 835 °C, aproximadamente. Esto último

sucede cuando se aumenta la velocidad de deformación en dos órdenes de magnitud (de 0.1 hasta 10 s<sup>-1</sup>).

- Rango III: El comienzo de la precipitación ocurre en un intervalo de tiempo muy corto después del comienzo de la recrystalización, por lo tanto una pequeña fracción del material llega a recrystalizar hasta que se interrumpe. Luego de la precipitación el material sigue ablandando hasta recrystalizar una fracción superior. En este intervalo de temperatura se obtiene una austenita muy deformada, aumentando con ello los valores del área interfacial efectiva. Ésta etapa sucede por debajo de las temperaturas inferiores antes comentadas, teniendo en cuenta la velocidad de deformación y deformación impuesta.

Esta última etapa del diagrama RPTT coincide con los resultados de *Medina y col.* [59, 147] en la cual para que comience el proceso de precipitación es necesario que el material recrystalice una pequeña fracción. Esto quiere decir que la nucleación de la precipitación inducida por la deformación a baja temperatura depende directamente de si el material ha comenzado a recrystalizar.

## CAPÍTULO 4

### ECUACIONES CONSTITUTIVAS QUE DECRIBEN LOS FENÓMENOS EXISTENTES

Para estudiar la evolución microestructural del material en un proceso industrial de termoconformado la aproximación ideal es analizar el propio proceso. Generalmente este procedimiento es de difícil reproducción, elevado coste y de complicado análisis puesto que en procesos industriales no siempre se puede parar la producción. Para economizar costos y esfuerzos en el estudio de los fenómenos actuantes y su interacción, se acude a realizar ensayos de laboratorio que simulan diferentes condiciones cercanos a los industriales.

El estudio aquí realizado ha permitido conocer la respuesta del material frente a distintas variables externas, tales como: velocidad de deformación, temperatura, deformación, tiempo de relajación, así como el efecto de la microaleación con Nb-V sobre los fenómenos de ablandamiento. El estudio que se presenta a continuación correlaciona los parámetros tecnológicos por medio del ajuste de datos experimentales a modelos matemáticos. Determinadas estas correlaciones, es posible extrapolar los resultados y así obtener la respuesta del material en condiciones de procesos de conformado industrial.

El conocimiento de las ecuaciones constitutivas que tienen en cuenta las relaciones entre las diferentes variables, permite desarrollar métodos colaterales que garantizan la viabilidad de un tratamiento termomecánico u otro, alcanzar la estabilidad de un material frente a los procesos termomecánicos y mejorar el rendimiento energético – económico de dicho tratamiento.

Por las condiciones antes nombradas, es necesario detallar en esta tesis cuáles son las ecuaciones constitutivas que describen los fenómenos y mecanismos que controlan la evolución microestructural de los materiales analizados. Con ellas será posible analizar y obtener un proceso termomecánico adecuado que sea aplicado a escala industrial, capaz de alcanzar una microestructura ultrafina al final del proceso.

#### **4.1 Modelación de las curvas de fluencia. Ecuaciones constitutivas en la recristalización dinámica.**

En el capítulo 3 fueron estudiadas las curvas de fluencia de los dos aceros, brindando una información detallada de los mecanismos de ablandamiento dinámicos que actúan. En estas curvas se aprecia que el mecanismo de ablandamiento dominante es la DRX.

Para lograr predecir el comportamiento de las curvas de fluencia es necesario determinar las ecuaciones que describen la cinética de recrystalización dinámica, el comportamiento de las curvas de fluencia y de la microestructura alcanzada. Para ello se emplearán ecuaciones clásicas y algunas modificadas por *Cabrera y col.* <sup>[165]</sup> que permiten una mayor aproximación de las curvas de fluencia teóricas a las experimentales.

En literatura se ha estudiado ampliamente el efecto que presenta los elementos microaleantes de forma individual (i.e. Nb, Ti, V, Al, Mo, entre otros) sobre la cinética de recrystalización dinámica y la microestructura final. Sin embargo, todavía quedan muchos detalles por conocer cuando al acero se le adicionan más de un elemento microaleante a la vez, tal es el presente caso de Nb-V. Los mecanismos que intervienen durante la cinética de recrystalización dinámica en materiales con más de un elemento microaleante son más complejos que cuando se presentan en el acero de forma individual. En este trabajo se concentrará los esfuerzos de explicar la influencia que presenta estos elementos sobre la cinética de DRX.

#### 4.1.1 Ecuaciones para el comienzo y final de la recrystalización dinámica.

Para una descripción precisa del fenómeno de recrystalización dinámica es necesario determinar las ecuaciones cinéticas que describen las deformaciones crítica, de pico y de estado estable en ambos materiales. Dentro de las ecuaciones cinéticas una de las más importantes es la de la deformación crítica, que en el proceso de conformado en caliente es el verdadero comienzo de la recrystalización dinámica. Sin embargo, para simplificar los cálculos y expresiones se considera la deformación de pico como el inicio de la DRX, mientras que la deformación de estado estable se establece como el final de la DRX en las curvas de fluencia.

En el capítulo 3 se presentaron las condiciones en que existe precipitación dinámica en el acero microaleado. Sin embargo, hay otras maneras de confirmar este fenómeno. Por ejemplo mediante el gráfico de tensión de pico en función de la velocidad de deformación también se puede comprobar este hecho. En la figura 4.1 se muestra esta relación, donde se aprecia que para temperaturas inferiores a 1050 °C el inverso de la pendiente de las curvas es superior a 5, valor esperable cuando la deformación es controlada por la escalada y deslizamiento de las dislocaciones, y que toma valores superiores en presencia de precipitación <sup>[93]</sup>.

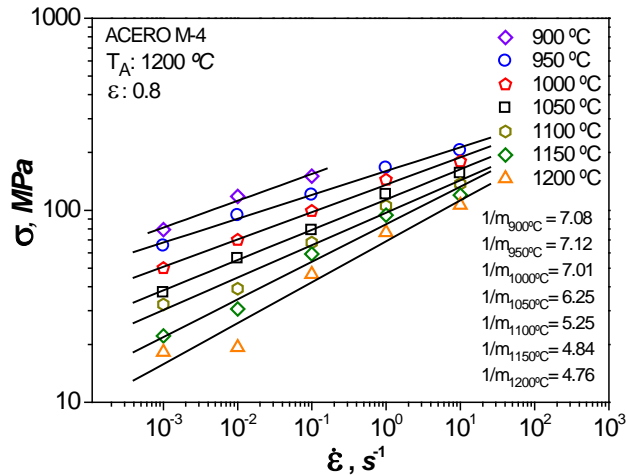


Figura 4.1: Tensión de pico en función de la velocidad de deformación a diferentes temperaturas.

Partiendo de las consideraciones antes descritas fueron extraídas de las curvas de fluencia las tensiones y deformaciones respectivas cuando sólo actúa el efecto soluto en ambos aceros, resultados que se recogieron en el epígrafe 3.3. Posteriormente se grafican los resultados con respecto al parámetro de Zener–Hollomon ( $Z$ ), ajustando los valores mediante el método de los mínimos cuadrados tomando como energía de activación para determinar el parámetro de Zener – Hollomon la de autodifusión del hierro en la austenita ( $270 \text{ kJ/mol}$ ), valor plenamente justificado y aplicado en estudios previos [71,89,165,166] para modelar las curvas de fluencia.

Ejemplos de las curvas ajustadas se muestran en la figura 4.2. Particularmente, se observa en la figura 4.2 a) que el exponente de la deformación crítica en ambos aceros presenta valores similares, aunque en términos absolutos las deformaciones críticas del acero M–4 siempre están por encima de las del A–4 por un claro efecto de arrastre de soluto de los elementos microaleantes.

En cuanto al exponente de la deformación de pico se observa en la figura 4.2 b) que los valores se aproximan a los que usualmente han sido reportados en literatura, que para aceros al C–Mn y microaleados oscilan entre 0.15 a 0.16 [17,89,129,142,166–176]. Al igual que con la deformación crítica, el exponente de la deformación ( $m_\epsilon$ ) en ambos aceros es similar quedando las diferencias entre ellos reflejadas en el coeficiente ( $K_\epsilon$ ) que varía desde  $6.86 \times 10^{-3}$  hasta  $8.49 \times 10^{-3}$ . Este incremento del coeficiente se puede atribuir al efecto que tienen los elementos microaleantes en solución.

Varela–Castro [166] en su tesis doctoral alcanzó un exponente de 0.165 en un acero con idéntica composición química que el ensayado en este trabajo (A–4), el cual fue obtenido durante la misma colada para esta investigación. Sin embargo, este autor estudió la cinética de DRX a diferentes condiciones experimentales (tamaño de grano inicial y velocidades de deformación) y con otro equipo experimental (Máquina Instron), lo cual podría influir de alguna manera en los resultados.

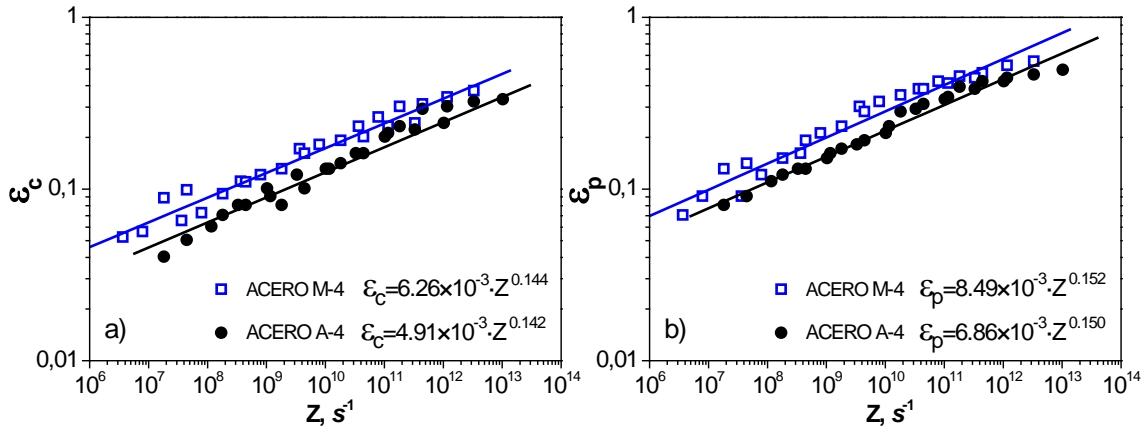


Figura 4.2: Dependencia de la deformación crítica y de pico con el parámetro de Zener – Hollomon.

Se ha observado en otras investigaciones [17,170], que un menor tamaño de grano inicial acelera el inicio de la recrystalización dinámica, sobre todo a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación, en consecuencia inferiores valores de  $Z$ . Con estos resultados se puede suponer que el tamaño de grano tiene una pequeña influencia en el exponente de la deformación en el acero base, sin embargo el coeficiente no se verá muy afectado cuando trabajamos a tamaños de grano muy próximos como es el caso.

Uno de los ejemplos es el exponente obtenido por Yang [17] igual a 0.168, autor que analizó un acero con composición química cercana al acero A-4 estudiado en este trabajo, bajo similares condiciones de ensayos termomecánicos. Las diferencias de la composición entre estos materiales son principalmente en el % en peso de Mn y Si, donde el acero A-4 presenta un contenido superior de Mn y Si que el analizado por Yang [17] de tres veces y del doble, respectivamente. No obstante se aprecia que la mayor diferencia entre los materiales es el coeficiente de la deformación que es inferior al alcanzado en este trabajo. Esta discrepancia de resultados puede estar directamente relacionada con la influencia del Mn y Si como elementos ralentizadores de la recrystalización dinámica comprobada por Varela-Castro [166], aunque también se relaciona con la influencia del tamaño de grano.

Ma y col. [167] observan que el exponente  $m_\epsilon$  se incrementa ligeramente cuando al acero base se adiciona Nb, llegando a alcanzar resultados de 0.149 en un acero al C-Mn y de 0.152 para otro con similar composición química y microaleado al Nb. Sin embargo, la mayor diferencia observada en ellos es en el coeficiente de la deformación, siendo en el acero microaleado un 28 % superior en relación al conseguido para el acero al C-Mn. En este artículo también evaluaron aceros microaleados al Ti y Ti-Nb, destacando que estos últimos representan un incremento del coeficiente en un 4 y 14 %, respectivamente.

Resultado a resaltar son los exponentes alcanzados por *Elwazri y col.* [129], en el que analiza tres niveles de microaleación con V, llegando a obtener que el coeficiente y la energía de activación aumentan con el incremento del V, permaneciendo constante el exponente de la deformación para todos los aceros, de manera similar a lo aquí observado. En estos materiales el retraso del inicio de la recrystalización se incrementó en un 0.7, 16 y 18 % con la continua adición de V.

También *Sun y col.* [173] presentan exponentes parecidos a los encontrados en el presente trabajo analizando aceros con similares contenidos de C, Mn y Si pero microaleados al Mo, Mo-Nb, Mo-V y Mo-Ti. Estos autores obtuvieron que el Ti, V y Nb retrasan el inicio de la DRX, como era de esperar. Sin embargo, remarcan que el Ti y V no modifican perceptiblemente el exponente de la deformación como el Nb, que presenta mayor exponente y coeficiente de la deformación.

Analizando lo anteriormente expuesto y el contenido en este trabajo, se puede concluir que el exponente de la deformación se mantiene constante cuando se adiciona Nb-V al acero. Sin embargo, la microadición conjunta de Nb-V permite incrementar un 20 % el valor de  $K_\epsilon$  en relación al acero de partida. Mientras que sí se compara este resultado con lo reportado en literatura cuando se adicionan Nb y V de forma individual, es posible observar que el retraso de la recrystalización del acero aquí analizado se ubica entre estos dos comportamientos. Este porcentaje de retraso se aproxima al presentando para el acero microaleado al Nb. Comportamiento esperado puesto que ambos actúan como elementos ralentizadores del comienzo de la DRX, ya que el V es el cuarto elemento después del Nb, Ti y Al que mayor influencia presentan sobre el retraso de la DRX [129,169].

Efecto análogo al planteado para la deformación de pico, se obtiene en la deformación de estado estable, aunque muestran valores superiores del exponente y coeficiente. El exponente para el acero microaleado es ahora mayor que el de partida (ver tabla 4.1), teniendo que un incremento de la velocidad de deformación y un descenso de la temperatura condiciona a un mayor retraso del final de la recrystalización.

Como se comentó, en el ajuste realizado para el acero microaleado (figura 4.2) no se tuvo en cuenta los valores de deformación de pico cuando interviene el fenómeno de precipitación dinámica. Las circunstancias en las que acontece este fenómeno son a bajas velocidades de deformación e inferiores temperaturas, siendo más altas en estos casos las deformaciones y tensiones (ver epígrafes 3.3.1.1 y 3.3.1.2). En la figura 4.3 se muestra una correlación cuando interviene la precipitación en el acero microaleado, observando que el exponente de la deformación calculado en estas condiciones de precipitación dinámica es menor que cuando sólo

opera el efecto soluto. Este resultado es coherente con lo obtenido por *Wu y col.* [174] cuando deformó un acero microaleado al Cu-V.

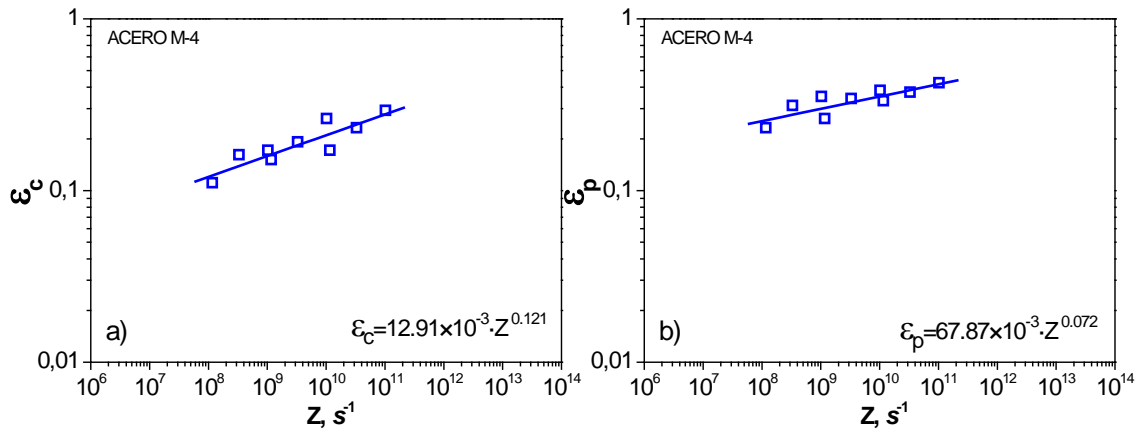


Figura 4.3: Dependencia de la deformación crítica y de pico vs.  $Z$  teniendo en cuenta la precipitación.

Para mostrar de una manera simplificada los resultados del efecto de la precipitación en comparación al arrastre de soluto, se muestra en la figura 4.4 la relación entre las deformaciones de pico en los dos aceros en función de  $Z$ . Como ya se ha notado, se observa que el mecanismo de arrastre de soluto (adición de Nb y V) permanece prácticamente invariable con el incremento de  $Z$ . Sin embargo, la mayor influencia viene dada por el fenómeno de la precipitación, siendo mayor a bajos valores de  $Z$ , existiendo un punto límite de  $Z$  en donde convergen estos dos efectos y empieza a regir uno sólo, el arrastre de soluto.

Efecto análogo se presenta para la deformación de estado estable (tabla 4.1), donde los precipitados actúan como una fuerte herramienta para el retraso de la DRX, por tal motivo las deformaciones para alcanzar el estado estable tienen que ser mayores si son comparadas cuando interviene el arrastre de soluto.

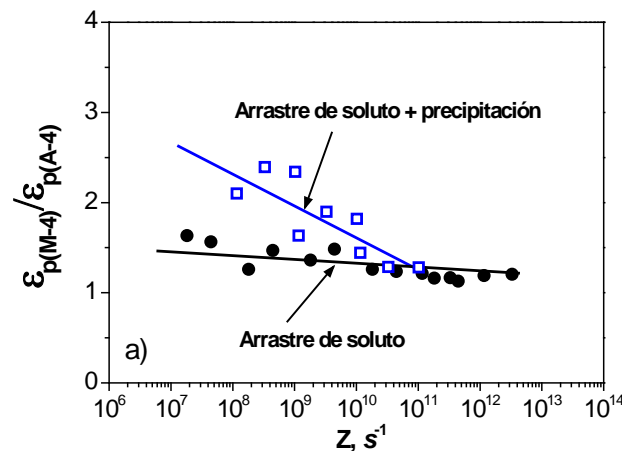


Figura 4.4: Influencia de soluto y precipitado en la deformación de pico vs.  $Z$ .



Para poder comparar los resultados alcanzados en este trabajo con otros estudios, se resume en la tabla 4.1 algunas ecuaciones constitutivas. Sobre todo se recogen las de aceros al C-Mn con composiciones relativamente semejantes a las aquí analizadas, así como algunos microaleados con Ti, V, Nb, V-Ti y Nb-Ti. Es posible observar que en estas investigaciones no se suele indicar si los valores de  $\varepsilon_P$  están afectados o no por la precipitación dinámica.

En esta misma tabla se observan algunas discrepancias en el coeficiente y exponente de la deformación. Algunos factores pueden condicionar a esta diferencia. El primero podría ser el tipo de ensayo realizado, ya que en algunos casos se obtienen exponentes con un ligero incremento cuando el método empleado para estudiar las curvas de fluencia es de torsión si se compara al de compresión. También pudiera deberse a la energía de activación aparente empleada, microestructura inicial, composición química y las condiciones de los ensayos.

En la mayoría de los trabajos se emplea como energía de activación un valor aparente. Es de notar que las energías de activación calculadas muchas veces presentan diferencias notables a la energía de activación de autodifusión de la austenita empleada en el actual trabajo.

Otro factor de mayor influencia es la composición química. Cada composición brinda una respuesta diferente en el inicio y final de la DRX, sobre todo cuando se adiciona al acero elementos sustitucionales (i.e. Nb, Ti, V, Mo, etc.) de forma individual o combinada. Mientras que si se añade elementos intersticiales, como por ejemplo el B, los valores tienden a decrecer. Ejemplo de esto son los resultados de *López* <sup>[171]</sup>, en los que refleja un descenso del exponente y del coeficiente de la deformación cuando se aumenta el contenido de B, diferencia explicada por el efecto del boro como elemento de aleación que ayuda a la movilidad de las dislocaciones y contribuye a que sea acelerado el inicio de la DRX. Sin embargo, los demás elementos, al ser adicionados ocasionan todo lo contrario, ralentizan el inicio y el final de la DRX.

Esta dependencia es mucho más compleja si se tiene en cuenta además elementos como el Mn y el Si. La segregación de los elementos adicionados limitan la movilidad de las dislocaciones y de los límites de grano, reduciendo con ello la velocidad de recristalización dinámica del material.

En literatura existen resultados semejantes que apoyan la idea de que la adición de Si en el acero hasta ciertos niveles confiere un efecto ralentizador de la DRX por arrastre de soluto. Por ejemplo, *Fernández* <sup>[172]</sup> refleja que el incremento del Si ralentiza la DRX, sobre todo a través del parámetro  $K_\varepsilon$ . Sin embargo obtiene que el exponente no es sensible a la variación del Si, alcanzando un valor de 0.14 en todos los aceros analizados. Por otro lado, *Varela-Castro* <sup>[166]</sup> obtiene que adicionando una mayor cantidad de Si produce el efecto ralentizador explicado con anterioridad y que  $m_\varepsilon$  disminuye para la misma condición, aunque la diferencia de los valores es muy pequeña. Este

último autor resalta que un alto contenido de Mn conlleva a que  $m_e$  sea superior que para bajo Mn, y presenta que existe un mayor exponente cuando el C y Si son bajos, teniendo un máximo de Mn. Sucede todo lo contrario en el coeficiente cuando las concentraciones de C y Si varían, ya que si estas aumentan, se produce un incremento del coeficiente, observando su mayor valor para las máximas adiciones de C, Si y Mn.

Es importante destacar que el porcentaje de C presenta influencia en el inicio de la DRX. Ejemplo de ello es el trabajo efectuado por *Escobar y col.* [175], en el cual analizaron la cinética de DRX en dos aceros variando el contenido de C. Obtienen que disminuyendo el contenido de C se alcanza un mayor exponente e inferior coeficiente, resultado que coincide con lo reportado por *Varela-Castro* [5].

Tabla 4.1: Comparación entre los modelos determinados en el trabajo con otros autores.

Composición del acero	Ecuaciones para la recrystalización dinámica DRX	Referencia
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	$\epsilon_C = 4.91 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.142}$ $\epsilon_P = 6.86 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.150}$ $\epsilon_C = 0.60 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 7.80 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.156}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si– 0.026Nb–0.09V * (sin precipitación dinámica)	$\epsilon_C = 6.26 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.144}$ $\epsilon_P = 8.49 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.152}$ $\epsilon_C = 0.60 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 8.62 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.182}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si– 0.026Nb–0.09V * (precipitación dinámica)	$\epsilon_C = 12.91 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.121}$ $\epsilon_P = 67.87 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.072}$ $\epsilon_C = 0.57 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 148.94 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.060}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	Actual
0.18C–0.60Mn–0.22Si *	$\epsilon_P = 4.37 \times 10^{-4} \cdot Z^{0.168}$ $Q = 363155 \text{ J/mol}$	[17]
0.34C–1.52Mn–0.72Si– 0.083V–0.018Ti *	$\epsilon_P = 7.00 \times 10^{-3} \cdot d_0^{0.146} \cdot Z^{0.137}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	[89]
0.71C–0.68Mn–0.22Si *	$\epsilon_P = 7.90 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.160}$ $Q = 250000 \text{ J/mol}$	[129]
1.0C–0.77Mn–0.99Si–0.078V*	$\epsilon_P = 7.96 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.150}$ $Q = 280000 \text{ J/mol}$	[129]
1.1C–0.63Mn–0.23Si–0.17V *	$\epsilon_P = 9.36 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.150}$ $Q = 282000 \text{ J/mol}$	[129]
1.08C–0.75Mn–0.78Si–0.26V*	$\epsilon_P = 9.70 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.150}$ $Q = 287000 \text{ J/mol}$	[129]

CAPÍTULO 4. ECUACIONES CONSTITUTIVAS QUE DECRIBEN LOS FENÓMENOS EXISTENTES

0.068C–1.47Mn–0.202Si– 0.056Nb–0.158Mo–0.014Ti **	$\epsilon_P = 6.90 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.250}$ $Q = 340000 \text{ J/mol}$	[142]
0.071C–1.50Mn–0.205Si– 0.032Nb–0.151Mo–0.015Ti **	$\epsilon_P = 5.80 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.160}$ $Q = 316000 \text{ J/mol}$	[142]
0.18C–1.66Mn–0.47Si (60 $\mu\text{m}$ )*	$\epsilon_P = 6.75 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.165}$ $\epsilon_C = 0.53 \cdot \epsilon_P$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	[166]
0.11C–1.15Mn–0.15Si *	$\epsilon_P = 2.50 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.149}$ $\epsilon_C = 0.65 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 4.50 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.150}$ $Q = 335400 \text{ J/mol}$	[167]
0.11C–1.23Mn–0.17Si– 0.038Nb *	$\epsilon_P = 3.50 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.152}$ $\epsilon_C = 0.65 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 5.50 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.149}$ $Q = 423400 \text{ J/mol}$	[167]
0.12C–1.23Mn–0.18Si– 0.015Ti *	$\epsilon_P = 2.60 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.150}$ $\epsilon_C = 0.65 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 4.70 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.151}$ $Q = 361100 \text{ J/mol}$	[167]
0.13C–1.25Mn–0.18Si– 0.039Nb–0.031Ti *	$\epsilon_P = 2.90 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.149}$ $\epsilon_C = 0.65 \cdot \epsilon_P$ $\epsilon_{SS} = 4.80 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.149}$ $Q = 436300 \text{ J/mol}$	[167]
0.28C–0.52Mn ** 0	$\epsilon_P = A \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.190}$ $Q = 191000 \text{ J/mol}$	[168]
0.41C–0.63Mn–0.27V ** 0	$\epsilon_P = A \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.160}$ $Q = 236000 \text{ J/mol}$	[168]
0.47C–0.66Mn–0.12V– 0.016Nb **	$\epsilon_P = 4.00 \times 10^{-3} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.170}$ $Q = 241000 \text{ J/mol}$	[168]
0.1C–1.42Mn–0.31Si– 0.035Nb **	$\epsilon_P = 3.70 \times 10^{-3} [(1+20(\text{Nb})+0.02(\text{Ti}))/1.78] \cdot d_0^{0.147} \cdot Z^{0.155}$ $Q = 325000 \text{ J/mol}$ $\epsilon_C = 0.77 \cdot \epsilon_P$	[169]
0.07C–0.62Mn–0.01Si– 0.034Nb– 0.067Ti **	$\epsilon_P = 3.70 \times 10^{-3} [(1+20(\text{Nb})+0.02(\text{Ti}))/1.78] \cdot d_0^{0.147} \cdot Z^{0.155}$ $Q = 325000 \text{ J/mol}$ $\epsilon_C = 0.77 \cdot \epsilon_P$	[169]
0.084C–1.049Mn–0.199Si– 0.026Nb–0.038Al *	$\epsilon_P = 1.023 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.5} \cdot Z^{0.184}$ $Q = 379000 \text{ J/mol}$	[170]
0.038C–1.466Mn–0.354Si– B (29 ppm) *	$\epsilon_P = 7.97 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.160}$ $\epsilon_C = 0.80 \cdot \epsilon_P$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	[171]
0.042C–1.469Mn–0.342Si–	$\epsilon_P = 9.35 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.150}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	[171]

B (49 ppm) *	$\epsilon_C = 0.80 \cdot \epsilon_P$		
0.036C–1.464Mn–0.311Si– B (62 ppm) *	$\epsilon_P = 1.41 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.130}$ $\epsilon_C = 0.80 \cdot \epsilon_P$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[171]
0.039C–1.466Mn–0.297Si– B (105 ppm) *	$\epsilon_P = 1.61 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.120}$ $\epsilon_C = 0.80 \cdot \epsilon_P$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[171]
0.24C–0.65Mn–0.01Si *	$\epsilon_P = 7.58 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.140}$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[172]
0.23C–0.82Mn–0.13Si *	$\epsilon_P = 8.83 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.140}$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[172]
0.18C–0.78Mn–0.51Si *	$\epsilon_P = 10.08 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.140}$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[172]
0.14C–1.20Mn–0.29Si– 0.56Mo **	$\epsilon_P = 3.98 \times 10^{-2} \cdot d_0^{0.195} \cdot (Z/A)^{0.120}$	$Q = 399764 \text{ J/mol}$	[173]
0.08C–1.41Mn–0.39Si– 0.64Mo–0.053Nb **	$\epsilon_P = 2.81 \times 10^{-2} \cdot d_0^{0.195} \cdot (Z/A)^{0.220}$	$Q = 343421 \text{ J/mol}$	[173]
0.10C–1.60Mn–0.40Si– 0.67Mo–0.053V **	$\epsilon_P = 5.52 \times 10^{-2} \cdot d_0^{0.195} \cdot (Z/A)^{0.149}$	$Q = 329743 \text{ J/mol}$	[173]
0.13C–1.58Mn–0.28Si– 0.61Mo–0.010Ti **	$\epsilon_P = 3.93 \times 10^{-2} \cdot d_0^{0.195} \cdot (Z/A)^{0.133}$	$Q = 400301 \text{ J/mol}$	[173]
0.12C–1.55Mn–0.25Si– 0.033V–0.35Cu *	$\epsilon_C = 1.35 \times 10^{-4} \cdot Z^{0.145}$ $\epsilon_P = 2.19 \times 10^{-4} \cdot Z^{0.141}$	$Q = 551000 \text{ J/mol}$	[174]
0.50C–0.68Mn–0.20Si *	$\epsilon_P = 1.10 \times 10^{-2} \cdot Z^{0.130}$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[175]
0.06C–0.42Mn–0.12Si *	$\epsilon_P = 4.80 \times 10^{-3} \cdot Z^{0.170}$	$Q = 270000 \text{ J/mol}$	[175]
0.38C–1.40Mn–0.65Si– 0.10V–0.02Ti *	$\epsilon_P = 1.12 \times 10^{-2} \cdot Z^{0.125}$	$Q = 305900 \text{ J/mol}$	[176]

(\*) Ensayos de compresión; (\*\*) Ensayos a torsión; (°) No se especifican los valores de A.

Efecto similar al que ocurre para las deformaciones acontece con las tensiones críticas, de pico y de estado estable, alcanzando tensiones superiores en el acero microaleado que en el base bajo las mismas condiciones de conformado, a consecuencia de los mismos mecanismos reportados para las deformaciones. Para brindar una explicación detallada de los resultados, se optó en este epígrafe por evaluar la afectación sobre las deformaciones y no sobre las tensiones, puesto que la influencia de soluto y precipitado son más claras analizando las deformaciones, y permitirá el estudio de los ablandamientos estáticos más adelante. No obstante, se presenta el comportamiento de las tensiones en el acápite 4.1.4, en donde se determinan las ecuaciones cinéticas para la tensión de pico y de estado estable.

#### 4.1.2 Ecuaciones para los términos restauración dinámica y endurecimiento por deformación.

Para determinar los términos de ablandamiento  $\Omega$  y de endurecimiento  $U(\alpha'b)^2$  de las curvas de fluencia fue necesario realizar un ajuste de los resultados experimentales por el método de los mínimos cuadrados frente a  $Z$ , empleando para ello las curvas experimentales hasta la deformación de pico, deformación que se considera en el modelo como el inicio de la recrystalización dinámica.

En relación al ablandamiento ( $\Omega$ ), parámetro que define el fenómeno de restauración dinámica en la primera parte de la curva de fluencia, se considera como dependiente de la velocidad de deformación y temperatura (ecuación 4.1), ya que es un fenómeno térmicamente activado. Este no es más que un proceso de reordenamiento de las dislocaciones generadas durante el endurecimiento, que conduce a la formación de subestructuras, término que depende del proceso de endurecimiento y de los obstáculos que se oponen al recorrido libre de las dislocaciones.

$$\Omega = K_{\Omega} \cdot Z^{m_{\Omega}} \quad (4.1)$$

Los valores del ablandamiento se determinaron mediante un ajuste no lineal de la primera parte de la curva, comprobando los resultados con un programa en lenguaje C++ desarrollado por Varela-Castro G. y Acevedo J. en el Grupo PROCOMAME del Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, de la Universidad Politécnica de Cataluña. En este software se introducen los resultados de las curvas de fluencia en forma de matrices, así como otros valores y mediante un ajuste por mínimos cuadrados se obtienen las ecuaciones que describen este término, y en consecuencia los resultados de la constante  $K_{\Omega}$  y el exponente  $m_{\Omega}$  (ver figura 4.5).

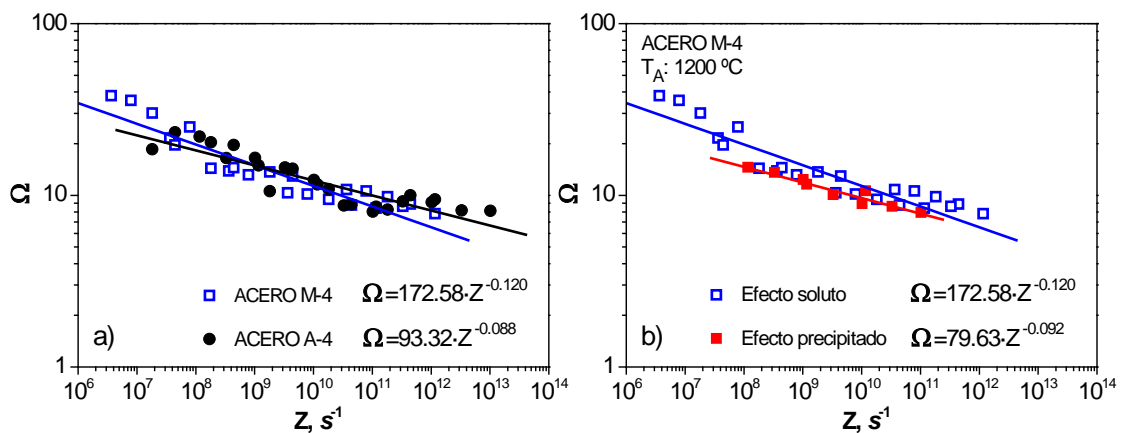


Figura 4.5: Dependencia del ablandamiento en función del parámetro de Zener-Hollomon: a) cuando sólo existe el efecto soluto, b) en presencia de precipitados en el acero microaleado.

Se observa en la figura 4.5 a) que los aceros tienen comportamientos similares en lo que al ablandamiento se refiere, aunque el acero base ablanda más que el microaleado. La adición de Nb retrasa la difusión del hierro y de ahí que ablande menos, exceptuando los valores a temperaturas elevadas que fueron ensayadas en el acero microaleado (i.e. 1200 y 1150 °C) que brindan ablandamientos elevados. De todos modos la variación del ablandamiento en ambos aceros respecto a  $Z$  es muy pequeña, como se refleja en el exponente  $m_{\Omega}$ . En la figura 4.5 b) se observa que en el acero microaleado para la condición de precipitación el ablandamiento del material es inferior que si sólo actúa el efecto soluto.

En el modelo clásico de *Estrin y Mecking* [177] el término de endurecimiento  $U$  se define como la velocidad de generación de dislocaciones, mientras que en el de *Bergström* [178] se considera como la velocidad de inmovilización o aniquilación de dislocaciones. En el primer modelo, el endurecimiento es considerado como independiente de la deformación, dado que está relacionado con el camino libre medio de las dislocaciones, que puede estar limitado geoméricamente por factores microestructurales (i.e. límites de granos, dislocaciones y la presencia de partículas de segunda fase) generados por el mismo proceso de deformación. No obstante, se observa en este trabajo que el parámetro presenta una dependencia con las variables de conformado según la ecuación 4.2.

$$U(\alpha'b)^2 = K_U \cdot Z^{m_U} \quad (4.2)$$

En la figura 4.6 se grafica la tendencia del término  $U$  con las condiciones de deformación para ambos aceros, observándose que el acero microaleado presenta endurecimientos mayores que el acero base bajo las mismas condiciones de conformado, efecto debido al endurecimiento por arrastre de soluto del Nb (figura 4.6 b).

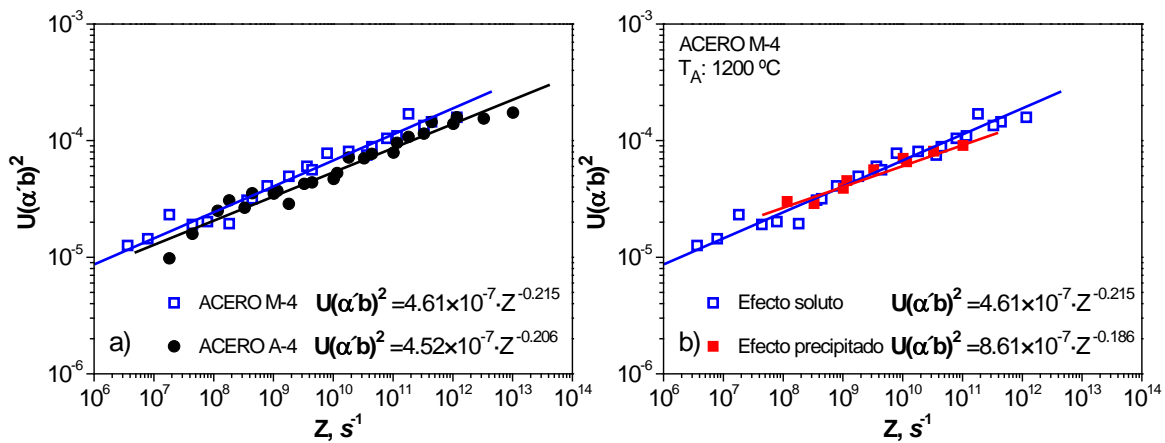


Figura 4.6: Dependencia del endurecimiento en función de  $Z$  para ambos aceros: a) en usencia de precipitación, b) cuando actúa la precipitación.

Los resultados presentan semejanza con los reportados en estudios previos para aceros al carbono [166,172,175] y microaleados [171]. Sin embargo en el acero microaleado el endurecimiento es ligeramente superior cuando acontece la precipitación dinámica que si actúa sólo el arrastre de soluto (figura 4.6 b), lo cual es lógico debido a añadir un segundo factor de endurecimiento.

En la tabla 4.2 se resumen las ecuaciones que definen los términos ablandamiento y endurecimiento para ambos aceros, al igual que las publicadas para materiales con semejantes composiciones químicas. Partiendo del análisis de los exponentes y los coeficientes se muestra una buena correspondencia de los valores determinados en este trabajo con los hallados en estudios previos.

Tabla 4.2: Ecuaciones del ablandamiento y del endurecimiento.

Composición del acero	Ecuaciones para la recristalización dinámica DRX	Referencia
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	$U(\alpha'b)^2 = 4.52 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.206}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 93.32 \cdot Z^{-0.088}$	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si– 0.026Nb–0.09V * (sin precipitación dinámica)	$U(\alpha'b)^2 = 4.61 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.215}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 172.58 \cdot Z^{-0.120}$	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si– 0.026Nb–0.09V * (precipitación dinámica)	$U(\alpha'b)^2 = 8.61 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.186}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 79.63 \cdot Z^{-0.092}$	Actual
0.34C–1.52Mn–0.72Si– 0.083V–0.018Ti *	$U(\alpha'b)^2 = 3.29 \times 10^{-6} \cdot d^{0.08} \cdot Z^{0.144}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 1829 \cdot d^{-0.346} \cdot Z^{-0.167}$	[89]
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	$U(\alpha'b)^2 = 1.17 \times 10^{-6} \cdot Z^{0.160}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 0.7 \cdot Z^{-0.154}$	[166]
0.038C–1.466Mn–0.354Si–B (29 ppm) *	$U(\alpha'b)^2 = 4.61 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.280}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 14.4 \cdot Z^{-0.110}$	[171]
0.042C–1.469Mn–0.342Si–B (49 ppm) *	$U(\alpha'b)^2 = 4.53 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.270}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 17.0 \cdot Z^{-0.130}$	[171]
0.036C–1.464Mn–0.311Si–B (62 ppm) *	$U(\alpha'b)^2 = 1.49 \times 10^{-8} \cdot Z^{0.150}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 29.0 \cdot Z^{-0.170}$	[171]
0.039C–1.466Mn–0.297Si–B (105 ppm) *	$U(\alpha'b)^2 = 8.37 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.13}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 77.9 \cdot Z^{-0.210}$	[171]
0.24C–0.65Mn–0.01Si *	$U(\alpha'b)^2 = 1.24 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.251}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\Omega = 10.0 \cdot Z^{-0.012}$	[172]
0.23C–0.82Mn–0.13Si *	$U(\alpha'b)^2 = 1.81 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.226}$ $Q = 270000 \text{ J/mol}$	[172]

	$\dot{\Omega} = 12.0 \cdot Z^{-0.031}$	
0.18C–0.78Mn–0.51Si *	$U(\alpha' b)^2 = 1.91 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.235} \quad Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\dot{\Omega} = 16.0 \cdot Z^{-0.033}$	[172]
0.50C–0.68Mn–0.20Si *	$U(\alpha' b)^2 = 3.33 \times 10^{-7} \cdot Z^{0.219} \quad Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\dot{\Omega} = 173.0 \cdot Z^{-0.130}$	[175]
0.06C–0.42Mn–0.12Si *	$U(\alpha' b)^2 = 2.88 \times 10^{-6} \cdot Z^{0.114} \quad Q = 270000 \text{ J/mol}$ $\dot{\Omega} = 826.0 \cdot Z^{-0.210}$	[175]

(\*) Ensayos de compresión.

#### 4.1.3 Ecuaciones cinéticas para la recrystalización dinámica.

Para proceder al estudio de la cinética de recrystalización dinámica es necesario conocer los parámetros característicos del proceso dinámico. Estos son el exponente de Avrami ( $k$ ), al igual que el tiempo para el 50 % de recrystalización ( $t_{0.5}$ ). Para determinar el coeficiente de Avrami se representó en escala doble logarítmica la fracción de volumen recrystalizado  $\ln(\ln(1/(1-X)))$  en función del  $\ln((\epsilon - \epsilon_p)/\dot{\epsilon})$ , siendo el exponente de Avrami la pendiente de la recta ajustada a los resultados experimentales. Este ajuste se realiza asumiendo que la fracción del material recrystalizado  $X$  es proporcional al ablandamiento observado en el tramo entre la deformación de pico y la de estado estable.

En la figura 4.7 se muestran algunos ejemplos del comportamiento de los exponentes de Avrami en los dos aceros bajo diferentes velocidades de deformación. Es de destacar que los valores del exponente en el acero microaleado son algo inferiores a los del acero base, efecto esperado ya que existe un retraso de la recrystalización dinámica por los dos mecanismos anteriormente descritos. En ambos casos,  $k$  presenta una dependencia de la temperatura y de la velocidad de deformación, variando en el acero de partida entre 1.62 hasta 3.40, mientras que en el microaleado en el rango de 1.23 hasta 2.98.

Estos valores coinciden con los que usualmente se reportan en literatura [71,89,165,166,170] en el rango desde 1 hasta 4 en función del lugar de nucleación de los nuevos granos. Partiendo de esta teoría, se esperan valores del exponente iguales a 1 cuando la nucleación ocurre en los límites de grano, 2 cuando la nucleación tiene lugar en los bordes y toma  $k = 3$  en las esquinas de granos. Los resultados del exponente varían en el actual trabajo entre 1 y 3, aunque para la mayoría de las condiciones rondan 2, fiel reflejo de que la nucleación en los materiales analizados se efectúa en los límites de grano o en los bordes de grano.



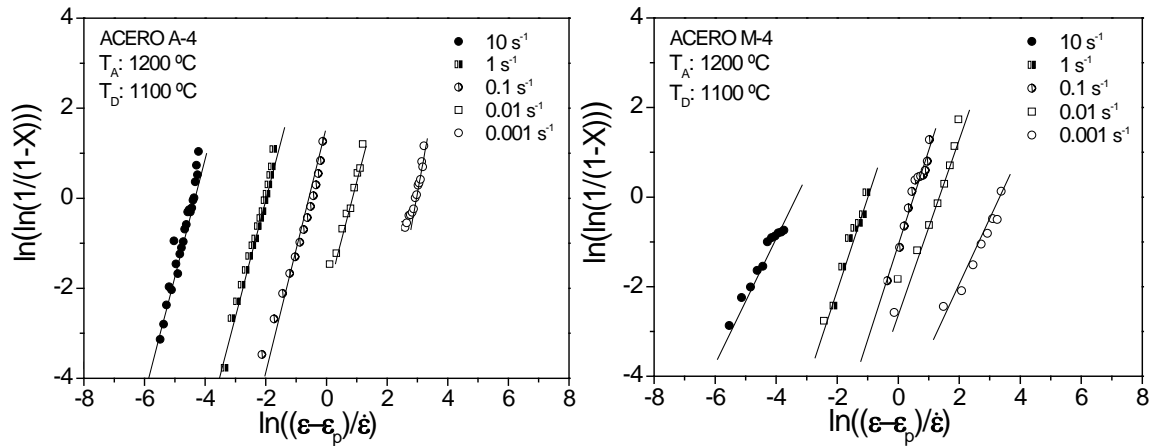


Figura 4.7: Ejemplos del comportamiento del exponente de Avrami para los aceros en ausencia de precipitación en el acero microaleado.

La dependencia del parámetro  $k$  con las variables del proceso y la ecuación que lo describe se muestra en la figura 4.8 para los dos aceros. Es posible distinguir que la variación del exponente depende ligeramente de la temperatura y velocidad de deformación. Estos resultados confirman la existencia de ligeros cambios en los lugares de la nucleación en función de los parámetros tecnológicos. Si los valores de  $Z$  son pequeños, propicia a que se presente un mecanismo de nucleación en los bordes de grano, mientras que si se incrementa  $Z$ , el exponente de Avrami toma valores menores de dos, indicando que existe una saturación de los sitios de nucleación en bordes de grano y la nucleación será principalmente en el límite de grano.

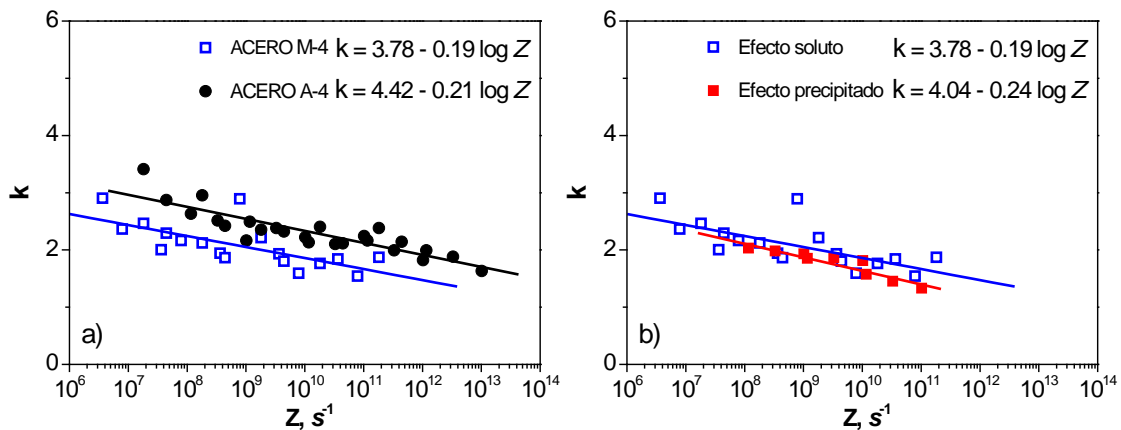


Figura 4.8: Dependencia del exponente  $k$  vs.  $Z$ : a) para los dos aceros en ausencia de precipitación en el acero microaleado, b) en presencia de precipitación en el acero microaleado.

En la tabla 4.3 se resume los parámetros de la relación semi-logarítmica del exponente de Avrami en función de  $Z$ . En esta tabla resumen se establece la similitud de los resultados obtenidos en el presente con los referenciados en literatura. Claro está que el exponente de Avrami no dependerá sólo de los parámetros tecnológicos, sino que también de la composición que tenga el acero en estudio y si están presentes durante el ablandamiento algunas partículas que interfieran en el proceso de nucleación, tal y como se observa en la figura 4.8 b).

Tabla 4.3: Relación semi-logarítmica del exponente de Avrami vs.  $Z$  ( $k=a+b \cdot \log Z$ ).

Composición del acero	$a$	$b$	$Q$ , J/mol	Referencia
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	4.42	– 0.21	270000	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si – 0.026Nb–0.09V * (sin precipitación dinámica)	3.78	– 0.19	270000	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si – 0.026Nb–0.09V * (precipitación dinámica)	4.04	– 0.24	270000	Actual
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	5.46	– 0.39	270000	[166]
0.24C–0.65Mn–0.01Si *	5.52	– 0.40	270000	[172]
0.23C–0.82Mn–0.13Si *	4.30	– 0.30	270000	[172]
0.18C–0.78Mn–0.51Si *	3.57	– 0.20	270000	[172]
0.50C–0.68Mn–0.20Si *	4.23	– 0.30	270000	[175]
0.06C–0.42Mn–0.12Si *	3.88	– 0.20	270000	[175]

(\*) Ensayos de compresión.

Para analizar la cinética de recrystalización dinámica no solamente es necesario conocer el valor del exponente  $k$ , sino que también el parámetro  $B$ , o en su defecto el tiempo para el 50 % de recrystalización  $t_{0.5}$ .

Varios trabajos encaminados a describir la cinética de recrystalización dinámica han encontrado experimentalmente una dependencia del  $t_{0.5}$  con las condiciones de conformado (tamaño de grano inicial, temperatura y velocidad de deformación) siguiendo la expresión 4.3. En este trabajo no se ha tenido en cuenta el tamaño de grano inicial, por lo cual quedará expresado en función de los demás términos.

$$t_{0.5} = K_t \cdot \dot{\epsilon}^{m_t} \cdot d_0^{n_t} \cdot \exp [Q_t / RT] \quad (4.3)$$

donde  $K_t$ ,  $m_t$  y  $n_t$  son constantes que depende del material, siendo  $Q_t$  la energía de activación.

Es necesario distinguir que las principales diferencias existentes en ambos aceros se corresponden con la energía de activación aparente  $Q_t$  y la constante  $K_t$ . La constante  $K_t$  es menor (hasta un orden de magnitud) en el acero microaleado que en el base. Este valor representa que la cinética de recrystalización dinámica es más lenta en el acero M-4 que en el A-4, siendo algo mayor cuando interviene la precipitación dinámica. Es evidente que la microadición de elementos tales como Nb y V promueven un retraso en la recrystalización dinámica durante el proceso de deformación en caliente. Casos concretos de este retraso ha sido reportado en literatura en estudios con aceros microaleados con Nb, V, Ti, Nb-Ti y Ti-V.

Tabla 4.4: Valores calculados de las constantes para el  $t_{0.5}$  de DRX.

Composición del acero	$K_t$	$m_t$	$Q_t$ , kJ/mol	Referencia
0.18C-1.66Mn-0.47Si *	$3.09 \times 10^{-3}$	-0.82	47.54	Actual
0.18C-1.50Mn-0.44Si - 0.026Nb-0.09V * (sin precipitación dinámica)	$5.07 \times 10^{-4}$	-0.83	56.54	Actual
0.18C-1.50Mn-0.44Si - 0.026Nb-0.09V * (precipitación dinámica)	$8.98 \times 10^{-4}$	-0.83	59.45	Actual
0.34C-1.52Mn-0.72Si - 0.083V-0.018Ti *	$1.80 \times 10^{-6}$	-0.74	116.12	[89]
0.18C-1.66Mn-0.47Si *	$5.90 \times 10^{-3}$	-0.53	51.34	[166]
0.038C-1.466Mn-0.354Si-B(29 ppm) *	$8.40 \times 10^{-7}$	-0.85	126.00	[171]
0.042C-1.469Mn-0.342Si-B(49 ppm) *	$2.60 \times 10^{-6}$	-0.82	116.00	[171]
0.036C-1.464Mn-0.311Si-B(62 ppm) *	$9.90 \times 10^{-6}$	-0.78	108.00	[171]
0.039C-1.466Mn-0.297Si- B(105 ppm) *	$2.20 \times 10^{-5}$	-0.75	102.00	[171]
0.24C-0.65Mn-0.01Si *	$1.06 \times 10^{-3}$	-0.71	52.00	[172]
0.23C-0.82Mn-0.13Si *	$0.91 \times 10^{-3}$	-0.71	55.00	[172]
0.18C-0.78Mn-0.51Si *	$1.77 \times 10^{-3}$	-0.62	58.00	[172]
0.50C-0.68Mn-0.20Si *	$5.88 \times 10^{-3}$	-0.82	29.00	[175]
0.06C-0.42Mn-0.12Si *	$2.00 \times 10^{-5}$	-0.94	75.00	[175]

(\*) Ensayos de compresión.

Se observa en la figura 4.9 que los valores de tiempo teóricos ajustados a una expresión equivalente a la ecuación 4.3 se acercan a los resultados experimentales en ambos aceros. Esto muestra la bondad de las ecuaciones propuestas para calcular este término.

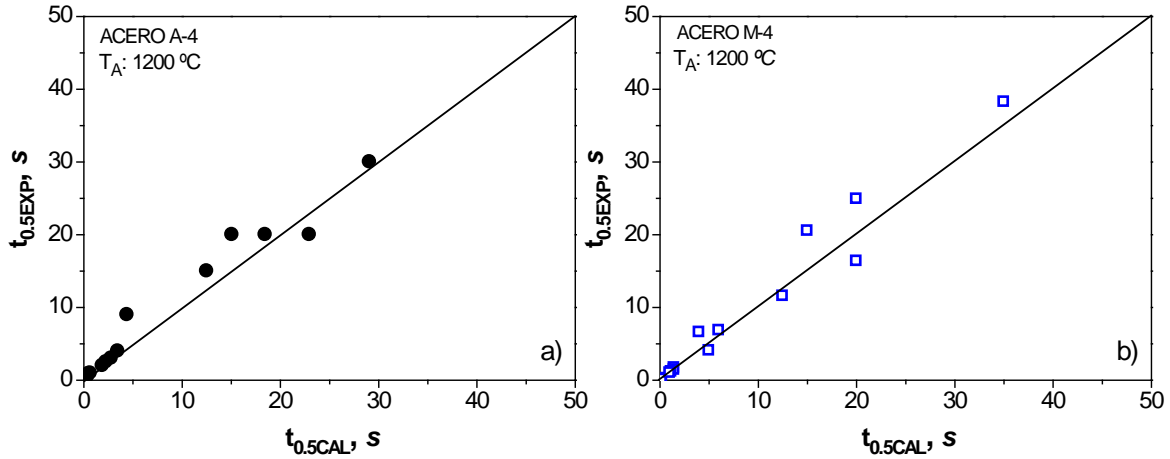


Figura 4.9: Comprobación de la ecuación propuesta para determinar el tiempo  $t_{0.5}$ .

#### 4.1.4 Ecuaciones cinéticas para las tensiones de pico y de estado estable.

En la práctica, la tensión de pico y la de estado estable se consideran parámetros fundamentales que caracterizan el comportamiento de las curvas de fluencia. Estas tensiones varían con la composición química del acero, tamaño de grano austenítico inicial, temperatura y velocidad de deformación, y son sensibles a los mecanismos arrastre de soluto y/o precipitado.

Muchos autores [71,89,165,166,170] han determinado a partir de los resultados de las curvas de fluencia, que la ecuación que relaciona la tensión con la velocidad de deformación varía en función del nivel de tensión. Cuando la tensión es baja la relación sigue una ley potencial, mientras que si las tensiones son altas pasa a ser exponencial. Para poder aunar el amplio rango de tensiones, se establece que la tensión se ajusta a una expresión del tipo seno hiperbólico. La relación 4.4 propuesta por *Sellars y Tegart* [179] en condiciones de conformado en caliente, recoge el comportamiento del nivel de tensión para el amplio espectro de condiciones experimentales en la DRX.

$$\dot{\epsilon} = A_1 \cdot (\sinh \alpha_1 \sigma)^{n_1} \cdot \exp [-Q_1/RT] \quad (4.4)$$

siendo  $A_1$  un factor geométrico,  $n_1$  el exponente de creep,  $\alpha_1$  el inverso de la tensión asociada al final del régimen potencial,  $Q_1$  es la energía de activación para el trabajo en caliente,  $R$  la constante de los gases, y  $\sigma$  es la tensión analizada en ese instante ( $\sigma_P$  o  $\sigma_{SS}$ ).

En trabajos desarrollados por *Cabrera y col.* [71,89,165,166] han demostrado que cuando se tiene en cuenta la dependencia del módulo de Young ( $E$ ) con la temperatura, se puede tomar como exponente de creep un valor igual a 5, y como energía la de autodifusión del hierro en la austenita. De ese modo se define la expresión 4.5, que normaliza la tensión con el módulo de Young y la velocidad de deformación con el coeficiente de autodifusión. Este resultado se justifica teóricamente cuando el mecanismo de deformación es controlado por el deslizamiento y la escalada de dislocaciones. Si la precipitación actúa puede aparecer una tensión ( $\sigma_0$ ) interna capaz de elevar las tensiones en las curvas de fluencia, o alternativamente un exponente de creep con valores muy superiores a 5.

$$\dot{\epsilon} / D(T) = A \cdot [\sinh(\alpha \cdot (\sigma - \sigma_0) / E(T))]^5 \quad (4.5)$$

En la expresión anterior  $E(T)$  es el módulo de Young dependiente de la temperatura,  $(\sigma - \sigma_0)$  es un esfuerzo eficaz,  $A$  una constante del material,  $\alpha$  la tensión inversa que marca el cambio de comportamiento de potencial a exponencial,  $D(T)$  el coeficiente de autodifusión del hierro en la austenita afectado por la temperatura. Por otra parte el valor de la tensión interna ( $\sigma_0$ ) depende del tipo de obstáculo interno que se opone al movimiento de las dislocaciones (i.e. precipitados, bordes de grano, etc.). Finalmente  $E(T)$  y  $D(T)$  toman los valores siguientes en el caso de la austenita [180]:

$$E(T) = 215000 [1 - 0.91((T - 300)/1810)] \quad (4.6)$$

$$D(T) = 1.8 \times 10^{-5} \cdot \exp(-270000/8.31 \cdot T) \quad (4.7)$$

La ecuación del seno hiperbólico es una expresión práctica que unifica los diferentes comportamientos durante la fluencia en caliente. Para comprobar si el exponente de creep asumido se encuentra dentro del rango se procedió a determinarlo como la pendiente del gráfico  $\log \dot{\epsilon} - \log \sigma_p$  a bajas tensiones, como se ilustró en la figura 4.1 hallándose valores aproximados de 5 en los dos aceros. Sin embargo bajo las condiciones de precipitación dinámica en el acero microaleado este valor es muy superior. Por tal motivo se normaliza en los cálculos siguientes como exponente de creep un valor de 5, valor plenamente justificado en investigaciones previas analizando aceros al carbono y microaleados [71,89,165,166]. En el caso de la aparición de la precipitación dinámica la dependencia con la estructura interna se reflejaría por la aparición de una tensión interna, valor que se debe determinar para cada situación de precipitación, a la vez que se mantendrá  $n = 5$ .

Para comprobar si la energía de autodifusión asumida se encuentra dentro del rango habitual se emplea la ecuación propuesta por *Medina y col.* [181], que demostraron una dependencia de la energía de activación con la composición química del acero, según la ec. 4.8.

$$Q \text{ (kJ/mol)} = 267 - 2.5\%C + 1.0\%Mn + 33.6\%Si + 35.6\%Mo + 70.7\%Nb^{0.56} + 93.7\%Ti^{0.59} + 31.6\%V \quad (4.8)$$

Las energías de activación calculadas reflejaron valores algo superiores al supuesto, que para el acero A-4 fue de 285 kJ/mol, mientras que en el acero M-4 el valor es de 296 kJ/mol. En ambos casos, las energías calculadas son aproximadas a la de autodifusión del hierro en la austenita, por lo que se seguirá empleando 270 kJ/mol en los cálculos de los parámetros del modelo.

En la figura 4.10 se representan los valores de la tensión de pico y de estado estable normalizadas para el caso del acero microaleado en presencia del efecto soluto y precipitado. Es de destacar en la figura 4.10 que las tensiones correspondientes al acero microaleado, en condiciones de precipitación, a bajas temperaturas (i.e. 900, 950 y 1000 °C) y velocidad de deformación lenta (i.e. 0.001 s<sup>-1</sup>), presentan muy poca desviación de la tendencia y es casi despreciable a la que muestra las otras condiciones experimentales. Esta desviación pudiera estar vinculada con influencia de las partículas precipitadas sobre el comportamiento a fluencia del material, aunque no es significativa como la obtenida en otros trabajos [89,182]. En este mismo gráfico podemos observar que las tensiones afectadas por el módulo de Young para las temperaturas de precipitación con velocidades de 0.01 y 0.1 s<sup>-1</sup> siguen similar tendencia que para el efecto soluto, no apreciando un incremento de la tensión interna en el material a consecuencia de estas partículas.

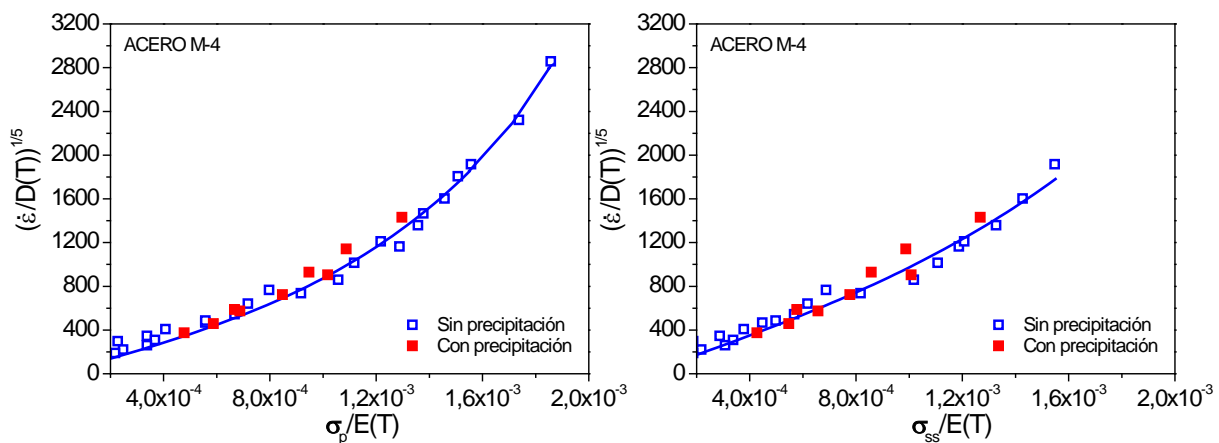


Figura 4.10: Comparación entre las tensiones de pico y estado estable a la ecuación del *sinh* evaluando precipitados.

Se observa en la figura 4.10 que las partículas precipitadas no ejercen una influencia o ésta es muy pequeña en el incremento de las tensiones de pico y de estado estable. Parece ser que el efecto en solución sólida del Nb de forma conjunta con el V intervenga de alguna manera en el

incremento de las tensiones alcanzadas para las demás condiciones, o que la fracción de volumen de los precipitados formados durante el proceso sea muy baja como para incrementar los valores de tensión significativamente. Sin embargo, se ha visto que la precipitación si presenta una significativa influencia sobre el inicio y final del ablandamiento, y las propias cinéticas de recrystalización.

Es evidente que las tensiones internas que presenta son casi despreciables en comparación con las obtenidas por otros autores. En todo caso, se puede establecer que tienen un efecto directo sobre las deformaciones críticas, o sea, ralentizan la recrystalización dinámica. Semejante resultado fue encontrado por *Al Omar* [182] en su tesis doctoral analizando un acero microaleado al Ti-V, en el cual determinó que el incremento de la tensiones internas por las partículas precipitadas era casi despreciable y que estas no afectan directamente las curvas de fluencia, aunque si pueden influir en el control del tamaño de grano inicial. Comenta que bajo las condiciones de austenización establecidas los precipitados se localizan fundamentalmente en los límites de grano, y de este modo tienen un efecto reducido sobre el endurecimiento de la matriz.

Ajustando los valores de tensión de pico y de estado estable a la expresión 4.3, fueron determinados los parámetros característicos  $A$  y  $\alpha$ . Ejemplo de los ajustes de estas tensiones se muestran en la figura 4.11 a y b. Es de notar que a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación ( $Z$  bajos), la diferencia entre las deformaciones de pico y estado estable presenta similar comportamiento en ambos materiales. Sin embargo a mayores velocidades de deformación y bajas temperaturas comienza a ser marcado el efecto soluto.

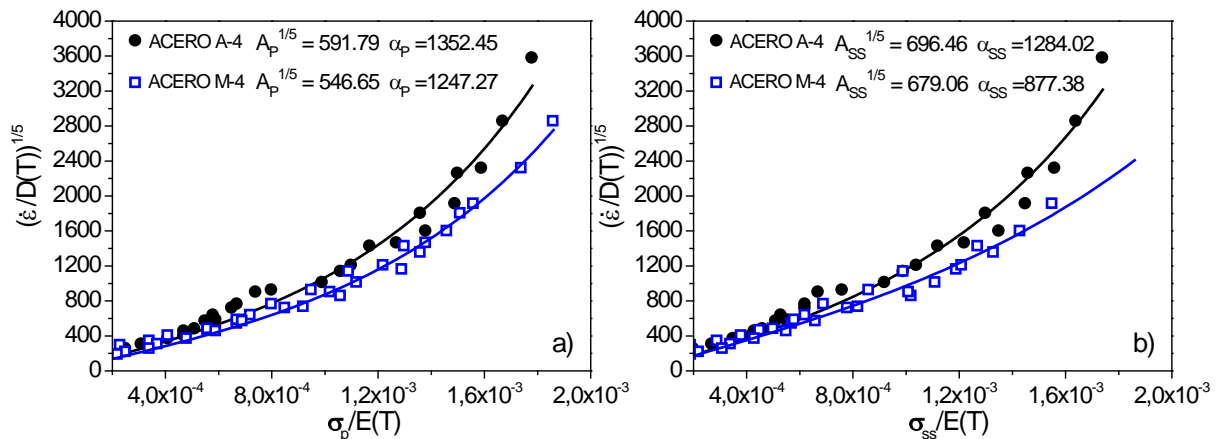


Figura 4.11: Ajuste de las tensiones de pico en la ecuación del *sinh*, para los dos aceros.

Está claro que esfuerzos superiores los presenta el acero microaleado, bajo los mismos parámetros de conformado del de partida, siendo la constante  $A$  para la deformación de pico menor en relación al base. Sin embargo, cuando analizamos la tensión de estado estable es de

notar que en el acero microaleado se incrementa el coeficiente pre-exponencial ( $A$ ) hasta un valor de 979.

Analizando la tensión inversa ( $\alpha$ ), que se corresponde con el punto de transición entre la dependencia exponencial y la potencial, es posible apreciar que en el acero microaleado los valores de  $\alpha$  son inferiores para las dos tensiones, lo que significa que el cambio de comportamiento de potencial a exponencial comienza antes en el acero microaleado que en el base.

Es de notar que existe una buena correspondencia de las constantes obtenidas a través del ajuste en el acero base A-4 con los publicados por diversos autores<sup>[172,175]</sup> (ver tabla 4.5). Por lo general el coeficiente  $A$  en estos aceros se incrementa, si comparamos los resultados del de tensión de pico ( $A_P$ ) y la de estado estable ( $A_{SS}$ ). Sin embargo, *Varela-Castro*<sup>[166]</sup> obtuvo valores superiores de  $A_P$  para el caso aquí analizado, resultado que podría estar relacionado con la microestructura austenítica inicial. Como se comentó anteriormente, este último autor analizó el mismo acero base, pero partiendo de un menor tamaño de grano que el ensayado en este trabajo. Se muestra en otros estudios<sup>[18,73]</sup> que un menor tamaño de grano provoca un incremento de las tensiones de pico.

Existen trabajos previos analizando aceros microaleados que brindan resultados muy semejantes al obtenido. Por ejemplo, *Cabrera*<sup>[89]</sup> en su tesis doctoral, analizando un acero microaleado al V-Ti alcanzó elevar los coeficientes nombrados con anterioridad desde 603 a 813, siendo también incrementados en el actual acero microaleado desde 546 hasta 979. Esta diferencia puede estar influenciada por el efecto del arrastre de soluto de los elementos sustitucionales Nb y V.

Tabla 4.5: Comparación entre los modelos determinados en el trabajo con otros autores.

Tipo de acero	$A_P^{1/5}, m^{-2}$	$\alpha_P$	$A_{SS}^{1/5}, m^{-2}$	$\alpha_{SS}$	Referencia
0.18C-1.66Mn-0.47Si *	591.79	1352.45	696.45	1284.02	Actual
0.18C-1.50Mn-0.44Si - 0.026Nb-0.09V *	546.63	1247.27	979.06	877.37	Actual
0.34C-1.52Mn-0.72Si - 0.083V-0.018Ti *	603	1338	813	1168	[89]
0.18C-1.66Mn-0.47Si *	653.71	1173.97	436.14	1803.40	[166]
0.038C-1.466Mn-0.354Si-B(29 ppm) *	391	2285	786	1541	[171]
0.042C-1.469Mn-0.342Si-B(49 ppm) *	417	2138	809	1496	[171]
0.036C-1.464Mn-0.311Si-B(62 ppm) *	628	1523	1896	667	[171]



0.039C–1.466Mn–0.297Si– B(105ppm) *	638	1564	1473	200	[171]
0.24C–0.65Mn–0.01Si *	638	1504	593	1849	[172]
0.23C–0.82Mn–0.13Si *	668	1437	891	1321	[172]
0.18C–0.78Mn–0.51Si *	608	1401	895	1186	[172]
0.50C–0.68Mn–0.20Si *	640	1434	665	1585	[175]
0.06C–0.42Mn–0.12Si *	551	1555	582	1692	[175]
0.017C–1.58Mn–18.5Cr–10.2Ni *	890	590	1170	485	[183]
0.07C–1.51Mn–18.5Cr–8.2Ni *	850	640	1180	500	[183]

(\*) Pertenecen a ensayos de compresión.

#### 4.1.5 Modelación de las curvas de fluencia y validación.

La modelación de las curvas de fluencia teóricas finales, se consigue sumando las ecuaciones constitutivas logradas a lo largo de los acápites anteriores. En la figura 4.12 se muestran todas las curvas experimentales y las modeladas obtenidas mediante los modelos aquí desarrollados. Es posible observar que los modelos desarrollados logran predecir con buena aproximación el comportamiento a la fluencia de los materiales bajo todas las condiciones.

Se distingue que las curvas teóricas representadas como una línea continua pueden describir el comportamiento de las curvas de fluencia de los dos aceros, sin embargo existen algunos casos en que esta difiere de las experimentales. Se puede observar algunas que presentan un ligero incremento de las tensiones durante el proceso de endurecimiento (primera parte de la curva), y este comportamiento se puede atribuir a que los modelos matemáticos predichos abarcan un amplio rango de velocidades de deformación y temperaturas. Mientras mayores rangos se estimen, menor será la precisión de los cálculos, no obstante existen pocas diferencias de tensiones con un error aproximado del 10 %.

Esta opción de determinar la influencia de la precipitación en la curva de fluencia no se ha tenido en cuenta en muchas de las investigaciones consultadas en literatura. Sin embargo, es de sumo interés en este trabajo reflejar este efecto sobre las curvas teóricas, puesto que como se ha discutido anteriormente la precipitación dinámica afecta los valores de deformación para el inicio de la recrystalización dinámica y su fin en el acero con Nb–V. La precipitación modifica en cierta manera la morfología de las curvas de fluencia experimentales y la microestructura al final de la DRX.

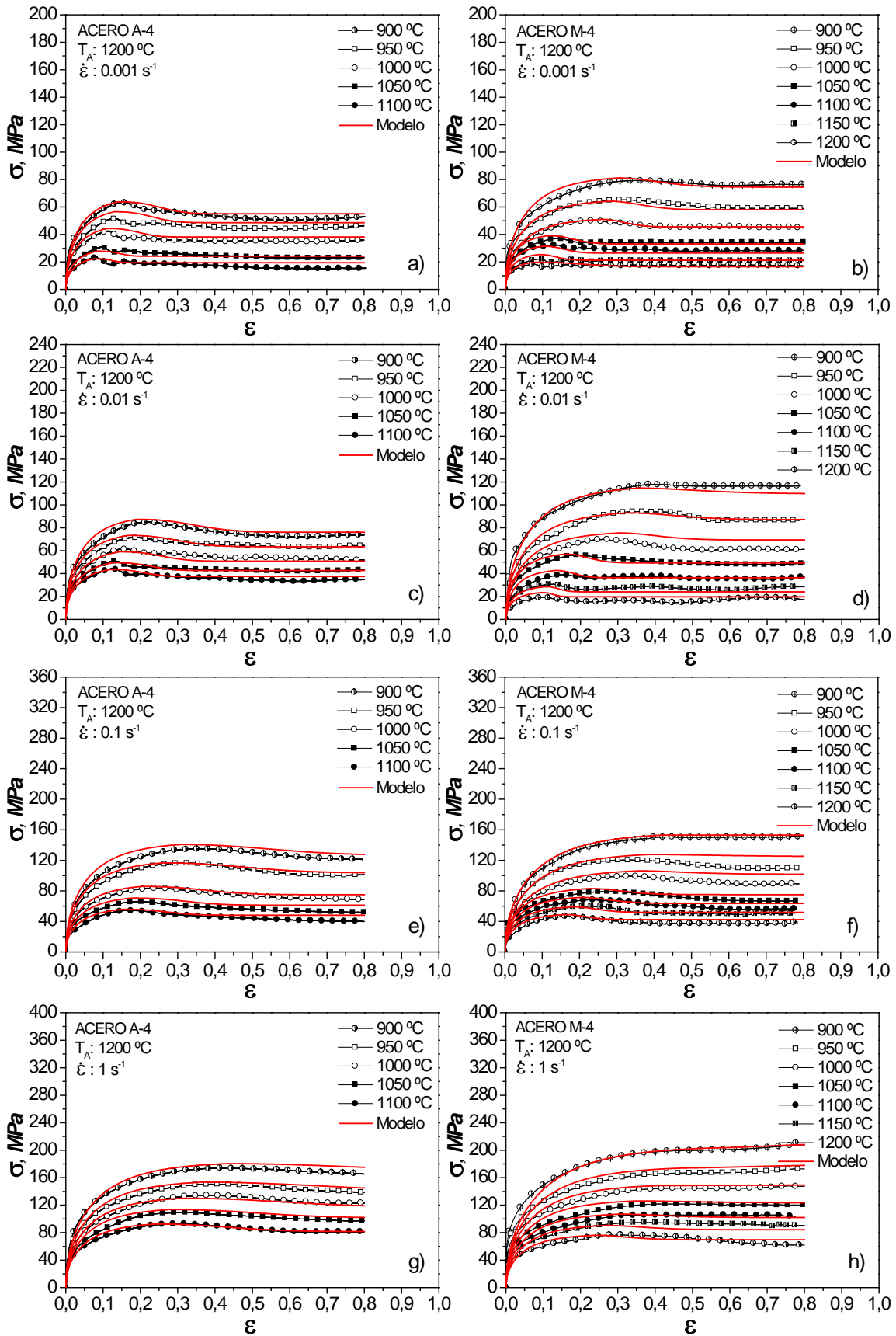


Figura 4.12: Comparación entre las curvas experimentales con las teóricas.

## 4.1.6 Ecuaciones para determinar el tamaño recrystalizado dinámicamente.

En la figura 4.13 a) se muestra el comportamiento del tamaño de grano austenítico recrystalizado dinámicamente en función del parámetro  $Z$  para ambos aceros, representando para ello los tamaños alcanzados en el estado estacionario. En los dos casos se observa que los granos recrystalizados llegan a disminuir con el incremento de  $Z$ , mostrando un mayor refinamiento para el acero microaleado en comparación con el acero base en todo el rango de  $Z$  estudiado.

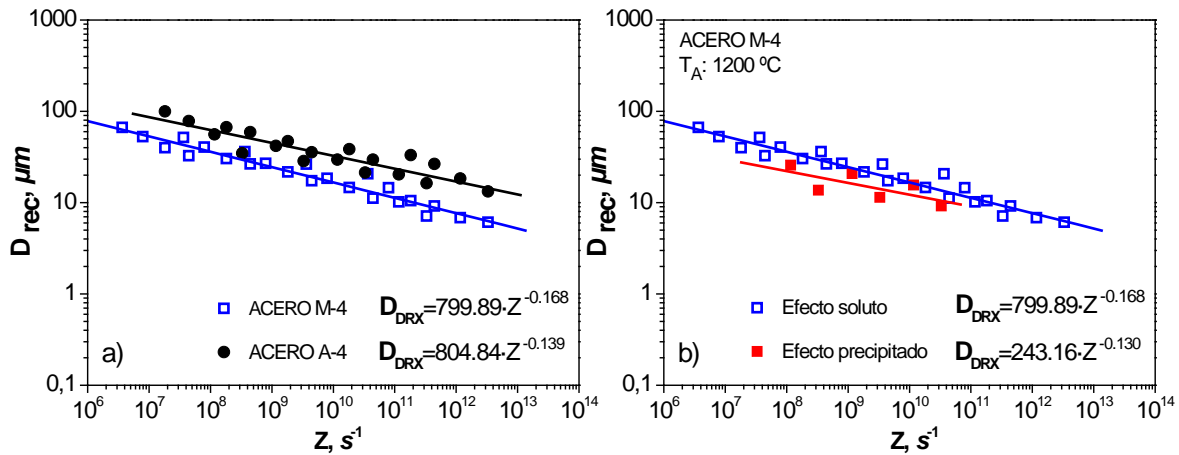


Figura 4.13: Dependencia del tamaño de grano vs.  $Z$ : a) en ambos aceros, b) acero microaleado bajo efecto soluto y precipitado.

En el acero microaleado al adicionar elementos microaleantes se obtiene una microestructura con granos muy finos a altas velocidades de deformación por la influencia que presenta el mecanismo de arrastre de soluto sobre la cinética de DRX. Sin embargo, se debe tener en cuenta que a bajas temperaturas y mayores tasas de deformación (i.e.  $900^\circ C$  con  $1$  y  $10 s^{-1}$ ) se logra un grano restaurado y no recrystalizado dinámicamente, mientras que para el acero base se alcanza también un grano recrystalizado pequeño debido a la influencia del mecanismo de arrastre de soluto.

Cuando se analizan los exponentes del tamaño de grano se puede corroborar que el mayor valor lo presenta el acero microaleado, puesto que la velocidad de refinamiento es superior que en el acero de partida. Es de notar que la precipitación dinámica actúa como mecanismo de retraso de la DRX a velocidades de deformaciones lentas y a bajas temperaturas de deformación, por tal motivo son conseguidos tamaños de grano menores en el acero M-4 que en el A-4 bajo las mismas condiciones de conformado. En la figura 4.13 b) se muestra comparativamente el comportamiento de los granos bajo el efecto arrastre de soluto y precipitado, bajo el segundo mecanismo se consigue tamaños de grano menores por la influencia de la precipitación dinámica en el proceso de recrystalización.

En la tabla 4.6 se resumen las ecuaciones obtenidas en el presente trabajo y las de otros investigadores que correlacionaron el tamaño de grano recrystalizado con las variables del proceso termomecánico. Es de notar que en todas las fuentes consultadas el tamaño de grano final no tiene una dependencia del tamaño de grano inicial durante el proceso de recrystalización dinámica, sino del parámetro  $Z$ .

Es de notar que los presentes resultados presentan buena correspondencia con los que usualmente son reportados en literatura, en el rango desde  $-0.13$  hasta  $-0.266$ . Parece ser que los exponentes no sólo varían en relación a las condiciones de deformación, sino que también se puede deber a la diferencia de la composición química, siendo mayores los exponentes cuando el acero presenta elementos de microaleación.

Tabla 4.6: Ecuaciones para los granos recrystalizados dinámicamente.

Composición del acero	Ecuaciones para los $D_{rec}$	Referencia
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	$D_{rec} = 804.84 \cdot Z^{-0.139}$	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si – 0.026Nb–0.09V *	$D_{rec} = 799.89 \cdot Z^{-0.168}$	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si – 0.026Nb–0.09V *	$D_{rec} = 243.16 \cdot Z^{-0.130}$	Actual
0.1C–1.42Mn–0.31Si – 0.035Nb **	$D_{rec} = 812.00 \cdot Z^{-0.130}$	[169]
0.38C–1.40Mn–0.65Si – 0.10V–0.02Ti *	$D_{rec} = 2275.6 \cdot Z^{-0.167}$	[176]
0.15C–1.2Mn–0.19Si *	$D_{rec} = 16000 \cdot Z^{-0.230}$	[187]
0.29C–1.30Mn–0.41Si – 0.10V **	$D_{rec} = 2615 \cdot Z^{-0.200}$	[188]
0.38C–1.30Mn–0.48Si – 0.12V–0.011Ti **	$D_{rec} = 42446 \cdot Z^{-0.266}$	[188]

(\*) Ensayos de compresión.

En un trabajo previo *Al Omar y col.* [128] analizan dos aceros microaleados al V, obteniendo que la dependencia del tamaño de grano recrystalizado con el parámetro  $Z$  puede presentar dos pendientes con un punto de inflexión. Este punto de inflexión lo vincula mediante la dependencia del grano recrystalizado dinámicamente con el tamaño de grano inicial, tras alcanzar la condición de que  $2D_{rec} = D_0$ . Sin embargo, en este trabajo no se aprecia el punto nombrado en la referencia anterior, hecho que pudiera estar vinculado con las relativas altas velocidades de deformación ensayadas. Bajo estas condiciones de deformación las curvas de fluencia obtenidas en su mayoría

no presentan zonas de recrystalización dinámica de pico múltiple, sino de pico simple, lo que trae como resultado que durante el proceso de recrystalización no se produzca un crecimiento desmesurado del grano.

El resultado alcanzado en el actual trabajo coincide con el obtenido por diferentes autores <sup>[130,169]</sup> que no han encontrado esta temperatura de transición, o no ha sido tan evidente como para poder destacarla. Un ejemplo de lo analizado lo obtiene *Ueki y col.* <sup>[130]</sup> tras estudiar dos aceros con parecida composición química a los de esta investigación, el primero al C-Mn y otro microaleado al Nb-V. En sus resultados sólo establecen la relación del tamaño de grano recrystalizado con el parámetro de Zener – Hollomon, y no refiere esta temperatura de transición.

#### 4.2 Ecuaciones que describe la cinética de recrystalización estática y/o metadinámica.

En este apartado se recogen los cálculos y ajustes realizados para determinar las ecuaciones constitutivas que describen la cinética de recrystalización estática y/o metadinámica. Se demuestra la necesidad de que en el acero microaleado se empleen intervalos de temperaturas para describir la cinética de SRX, puesto que existe un mayor retraso de la recrystalización a temperaturas bajas.

En el capítulo 3 fueron establecidas las circunstancias en donde aparece la recrystalización estática y/o metadinámica, y su dependencia con las condiciones de deformación y la composición química. Cuando se aplica una deformación superior a la crítica para que ocurra la DRX y el material se mantiene un tiempo sin deformar, ocurre la llamada recrystalización metadinámica o un mecanismo mixto SRX + MDRX, mientras que si son aplicadas deformaciones inferiores a la crítica, el fenómeno que ocurre será la SRX.

Por lo anterior nombrado es necesario establecer las condiciones de deformaciones críticas a partir de la cuales pueden ocurrir los fenómenos citados, y para ello se toman la ecuaciones cinéticas determinadas en el epígrafe anterior que predicen los valores de la deformación crítica ( $\epsilon_c$ ) y las de deformación de pico ( $\epsilon_p$ ), calculando la ( $\epsilon_T$ ) como 1.5 veces la deformación de pico.

#### 4.2.1 Ecuaciones para la cinética de recristalización estática (SRX).

Ha quedado demostrado en epígrafe 3.4.1 que la cinética de recristalización estática para los dos aceros presenta una dependencia de los parámetros tecnológicos: temperatura, deformación y velocidad de deformación. Existe también una influencia con la composición química del acero, semejante a la presentada en investigaciones previas [53,56,57,147] que correlacionan el tiempo para el 50 % de recristalización estática ( $t_{0.5}$ ) con las variables del proceso, y la ecuación de Avrami para describir la fracción de ablandamiento.

Con el fin de obtener la ecuación que permita describir la cinética de recristalización estática en los dos materiales, fue necesario determinar numéricamente la relación presente entre el tiempo  $t_{0.5}$  con cada parámetro del proceso. Una vez que se obtuvo esta correlación, se conforma una ecuación unificada para calcular el tiempo en que ocurre la SRX bajo la influencia de la composición y de los parámetros tecnológicos.

Como se ha comentado uno de los factores que mayor influencia presenta sobre la cinética de recristalización estática es la temperatura, ya que el incremento de la temperatura permite disminuir el tiempo de recristalización estática siguiendo la ecuación 1.5 del tipo Arrhenius.

Otro de los factores que controlan la cinética de la SRX es la deformación, esta es una de las variables que incide notablemente sobre el tiempo  $t_{0.5}$  de recristalización estática. A medida que se incrementa en magnitud provoca un aumento de la energía almacenada en el material en forma de deformación, y por ende se acelera el proceso de recristalización. La influencia de esta variable sobre el tiempo de la SRX se explica con mayor detalle en epígrafe 3.4.1 y es evaluada mediante el exponente de la deformación ( $r$ ), que no es más que la pendiente de la curva cuando se grafica el tiempo experimental ( $t_{0.5}$ ) en función de la deformación ( $\epsilon$ ) impuesta.

Un ejemplo del ajuste de este parámetro se muestra en la figura 4.14, pudiendo inferir con estos resultados que la mayor influencia en el exponente de la deformación la presenta el acero base frente al microaleado, bajo las mismas condiciones. Esta diferencia de exponentes está vinculada con la composición química del acero. Otra variable que puede incidir en los resultados y nombrada en el estudio efectuado por *Quispe y col.* [189] sería el tamaño de grano.

En la tabla 4.7 se resume los resultados del exponente de la deformación cuando ocurre la SRX. Se observa que los valores permanecen relativamente constantes para todas las condiciones de deformación en el acero A-4, siendo su valor promedio igual a  $-1.7$ , y esta aparente insensibilidad puede ser debida a que en el rango de temperatura analizado sólo actuaría el mecanismo de arrastre de soluto durante el retraso de la SRX.

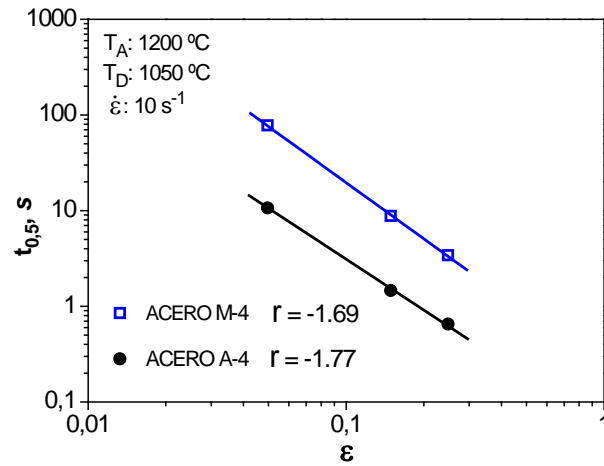


Figura 4.14: Dependencia del  $t_{0.5}$  con la deformación para los aceros A-4 y M-4.

En cuanto al acero microaleado, se muestra que los valores fluctúan con la temperatura, presentando semejantes resultados al acero base en los ensayos a elevada temperaturas (i.e. 1050 y 1000 °C). Sin embargo, ocurre un descenso significativo del exponente cuando las temperaturas analizadas son inferiores a 1000 °C, el cual presenta una ligera dependencia de la velocidad de deformación. Esto puede ser debido a que el mecanismo de arrastre de soluto muestra un mayor efecto a bajas temperaturas junto a la posible formación de una precipitación heterogénea antes de la precipitación intensa de las partículas. En el primer caso, o sea a temperaturas elevadas, el exponente promedio es igual a  $-1.47$ , pero a inferiores el valor medio es de  $-0.63$ .

Tabla 4.7: Exponentes de la deformación para los aceros A-4 y M-4.

$\dot{\epsilon}$	Material	Temperatura de deformación $T_D$ , °C				
		1050	1000	950	900	850
$0.1 \text{ s}^{-1}$	Acero A-4	–	–	–1.85	–1.84	–1.65
	Acero M-4	–1.44	–1.23	–0.57	–0.51	–
$1 \text{ s}^{-1}$	Acero A-4	–1.87	–1.87	–1.89	–1.62	–1.52
	Acero M-4	–1.54	–1.39	–0.60	–0.62	–
$10 \text{ s}^{-1}$	Acero A-4	–1.77	–1.67	–1.60	–1.50	–1.45
	Acero M-4	–1.69	–1.50	–0.89	–0.65	–0.60

Se puede encontrar en literatura que el exponente de la deformación depende de la composición del acero y de las condiciones experimentales. Uno de los ejemplos en que se reporta resultados aproximados del exponente es en el estudio realizado por *Karjalainen y col.* <sup>[63]</sup> mediante el método de relajación de tensiones. Encontraron que los valores para un acero al C-Mn pueden estar en el rango de  $-3$  a  $-4$ , bajo deformaciones entre 0.1 hasta 0.2. Sin embargo, *Sellars* <sup>[190]</sup> sugiere un

valor de  $-4$  en aceros al C-Mn, mientras que *Hodgson y col.* <sup>[187]</sup> determinaron como exponente un valor de  $-2.5$  para los mismos aceros.

Es de notar que el exponente de la deformación determinado en el acero base es inferior al que generalmente se establece para aceros al C-Mn. Esta diferencia puede estar relacionada con la mayor concentración de soluto que presenta el actual material en elementos como el Al y la posible interacción compleja con el Mn y Si, tal y como sucede con el fenómeno de la recrystalización dinámica. Aunque *Sun y col.* <sup>[191]</sup> reportan en su estudio que valor de  $-1.5$  en un acero con una pequeña microaleación de Al, valor aproximado al que se alcanza en el actual trabajo.

En otra investigación *Karjalainen y col.* <sup>[137]</sup> reportaron que para aceros microaleados al Nb los valores del exponente se pueden encontrar entre  $-2$  y  $-3$ . De acuerdo a los resultados obtenidos en el acero M-4, se puede observar que a altas temperaturas el exponente presenta resultados cercanos a los reportados por otros autores, sin embargo a bajas, existe una caída del exponente, en las cuales tiende a ser más lenta la cinética de SRX.

En su tesis doctoral *Gómez* <sup>[164]</sup> destaca tras analizar un acero microaleado al Nb que el exponente obtenido es de  $-1.8$ , valor que se aproxima al del acero microaleado analizado en esta investigación. Estos resultados son coincidentes a los informados en literatura, en que confirman que el elemento Nb es el que mayor influencia presenta sobre la cinética de recrystalización estática, tanto en solución sólida como en forma de precipitado y que también ejerce una notable retraso sobre el período de incubación de los precipitados. Algunos autores <sup>[135,138]</sup> confirman que el V apenas afecta la cinética de recrystalización estática cuando el elemento se encuentra en solución, pero que si influye en el período de incubación de los precipitados. Esta influencia en la cinética de recrystalización se presenta cuando son analizados aceros con un sólo microaleante. No obstante cuando son adicionados los elementos Nb y V a un mismo acero es posible lograr un incremento del efecto ralentizador de la SRX como el conseguido en este trabajo.

Otra de las variables que presenta una relación directa sobre la cinética de recrystalización es la velocidad de deformación. Aunque algunos autores comentan que la velocidad de deformación presenta un efecto insignificante, sin embargo en este trabajo es evaluado su efecto. Para cuantificar la influencia de la velocidad de deformación se determina el exponente ( $q$ ), que no es más que la pendiente obtenida en los gráficos del tiempo  $t_{0.5}$  vs.  $\dot{\epsilon}$ , manteniendo constante la deformación. Un ejemplo de cómo se determina este parámetro se muestra en la figura 4.15.



Es posible visualizar que la velocidad de deformación presenta mayor influencia en el acero A-4 que en el acero M-4, ya que en el primero se logra un exponente mayor, lo cual implica que el aumento de la tasa de deformación provocaría que se acelere el proceso de recrystalización. En literatura se puede observar el mismo comportamiento presente en esta investigación, para las cuales han distinguido que se logra un mayor exponente en el acero que contenga la menor cantidad de elementos de aleación.

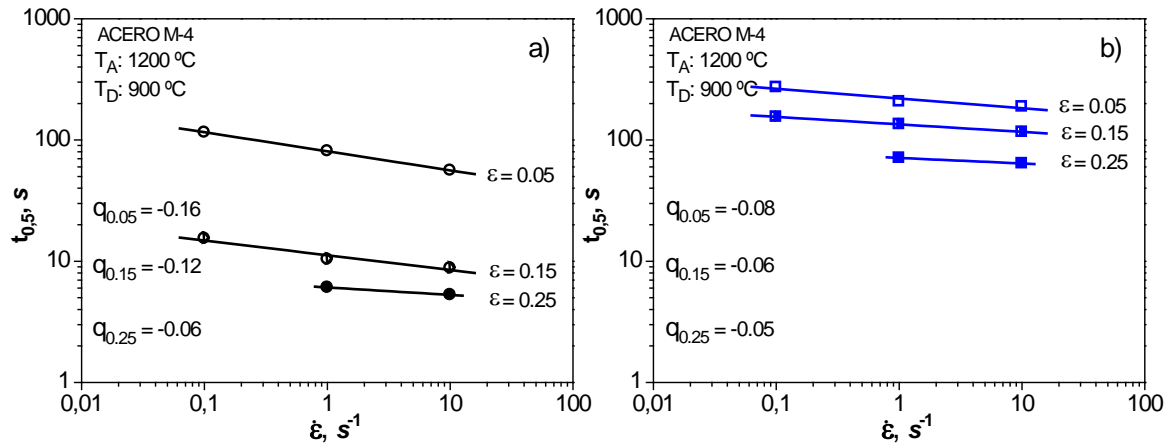


Figura 4.15: Dependencia del  $t_{0.5}$  para la recrystalización estática con la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4.

En la tabla 4.8 se resume los valores del exponente de la velocidad de deformación con la variación de la temperatura y deformación. Se puede observar que el comportamiento del exponente es prácticamente estable en el acero A-4, con una ligera variación cuando son incrementadas las temperaturas y las deformaciones. En este caso el valor promedio obtenido es igual a  $-0.16$ , resultado aproximado al alcanzado por *Karjalainen y col.* <sup>[63]</sup>, los cuales obtuvieron que el exponente de la velocidad de deformación es inferior al de la deformación, brindando un rango entre  $-0.05$  hasta  $-0.3$  para bajas deformaciones como es el caso.

Tabla 4.8: Exponentes de la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4.

$\epsilon$	Material	Temperatura de deformación $T_D$ , °C				
		1050	1000	950	900	850
0.05	Acero A-4	-0.22	-0.19	-0.16	-0.16	-0.12
	Acero M-4	-0.13	-0.13	-0.06	-0.08	-
0.15	Acero A-4	-0.19	-0.17	-0.14	-0.13	-0.13
	Acero M-4	-0.16	-0.15	-0.08	-0.06	-
0.25	Acero A-4	-	-	-	-0.06	-0.03
	Acero M-4	-	-	-	-0.05	-0.05

Cuando se analiza el acero microaleado se observan comportamientos diferentes a los presentados en el acero base. Nuevamente a altas temperaturas (i.e. 1050 y 1000 °C) son alcanzados exponentes cercanos al del acero A-4, de aproximadamente  $-0.14$ . Pero a temperaturas inferiores disminuye significativamente, pudiendo presentar el mismo mecanismo de retraso explicado para el exponente de la deformación, alcanzando un valor de  $-0.06$ . No obstante, los valores se encuentran dentro del rango reportado para aceros microaleados empleando la misma técnica experimental (método de relajación de tensiones). Uno de los estudios realizados en aceros microaleados fue efectuado por *Karjalainen y col.* <sup>[137]</sup>, y obtuvieron que el exponente presenta valores entre  $-0.05$  a  $-0.2$ , y explican que es muy sensible a la deformación y temperatura.

La energía de activación para la recrystalización estática ( $Q_{SRX}$ ) es otro de los parámetros con el cual se cuantifica la cinética de recrystalización. Se sabe que la recrystalización es el fenómeno que combina procesos de nucleación y crecimiento de nuevos granos, ambos activados térmicamente, por lo que un incremento de la temperatura trae consigo un aumento de la cinética de recrystalización, debido a que se favorece los procesos de difusión en los materiales. Para determinar el valor de la energía de activación aparente, se ajustó linealmente el tiempo ( $t_{0.5}$ ) en función del inverso de la temperatura, siendo  $Q_{SRX}$  la pendiente multiplicada por la constante universal de los gases. Se puede observar en la figura 4.16 que la energía de activación para el acero A-4 presenta una ligera dependencia con la deformación y la velocidad de deformación. Algunos autores han planteado que a mayor distorsión de la red (i.e. mayores deformaciones y velocidades de deformación), se produciría un incremento del control de los solutos en el movimiento de los límites de grano, lo cual implica una mayor energía para la recrystalización estática del material <sup>[190,191]</sup>.

En cuanto al acero M-4 se distingue que la energía de activación es mayor a altas deformaciones (i.e. 0.15 y 0.25) en relación al acero base, puesto que la mayor cantidad de átomos de soluto, interactúan con los límites de grano y dislocaciones generadas, posibilitando que sea ralentizada la recrystalización estática. Sin embargo, a menor deformación (i.e. 0.05) la energía calculada es inferior para la misma condición que en el de partida. Bajo esta pequeña deformación ocurre un proceso de SRX muy lento, especialmente a altas temperaturas.

Se puede considerar que para el acero A-4 el valor de la energía de activación es el promedio alcanzado para todas las condiciones, siendo de  $193\,460\text{ J/mol}$ . Esta simplificación está basada en resultados previos alcanzados por *Medina y col.* <sup>[53,192]</sup>, en que determina que la energía de activación es independiente de la deformación, aunque analiza deformaciones muy próximas bajo la misma tasa de deformación. Pero para el acero M-4 se observa un comportamiento diferente. A

menor deformación (i.e. 0.05) se obtuvo un valor promedio de 151 434  $J/mol$ , mientras que a mayores (i.e 0.15 y 0.25) alcanza un resultado de 292 800  $J/mol$ . Aunque exista tal diferencia de energía, en el modelo matemático se tomará el promedio de todos los valores, igual a 239 788  $J/mol$ , ya que es la variante que mejor ajusta a los resultados experimentales en todas las condiciones. Los resultados de la energía de activación se aproximan a los que generalmente se encuentra en literatura, en donde la energía de activación de los aceros microaleados son mayores a la de los aceros al C-Mn, exceptuando la energía obtenida en el acero microaleado a una menor deformación.

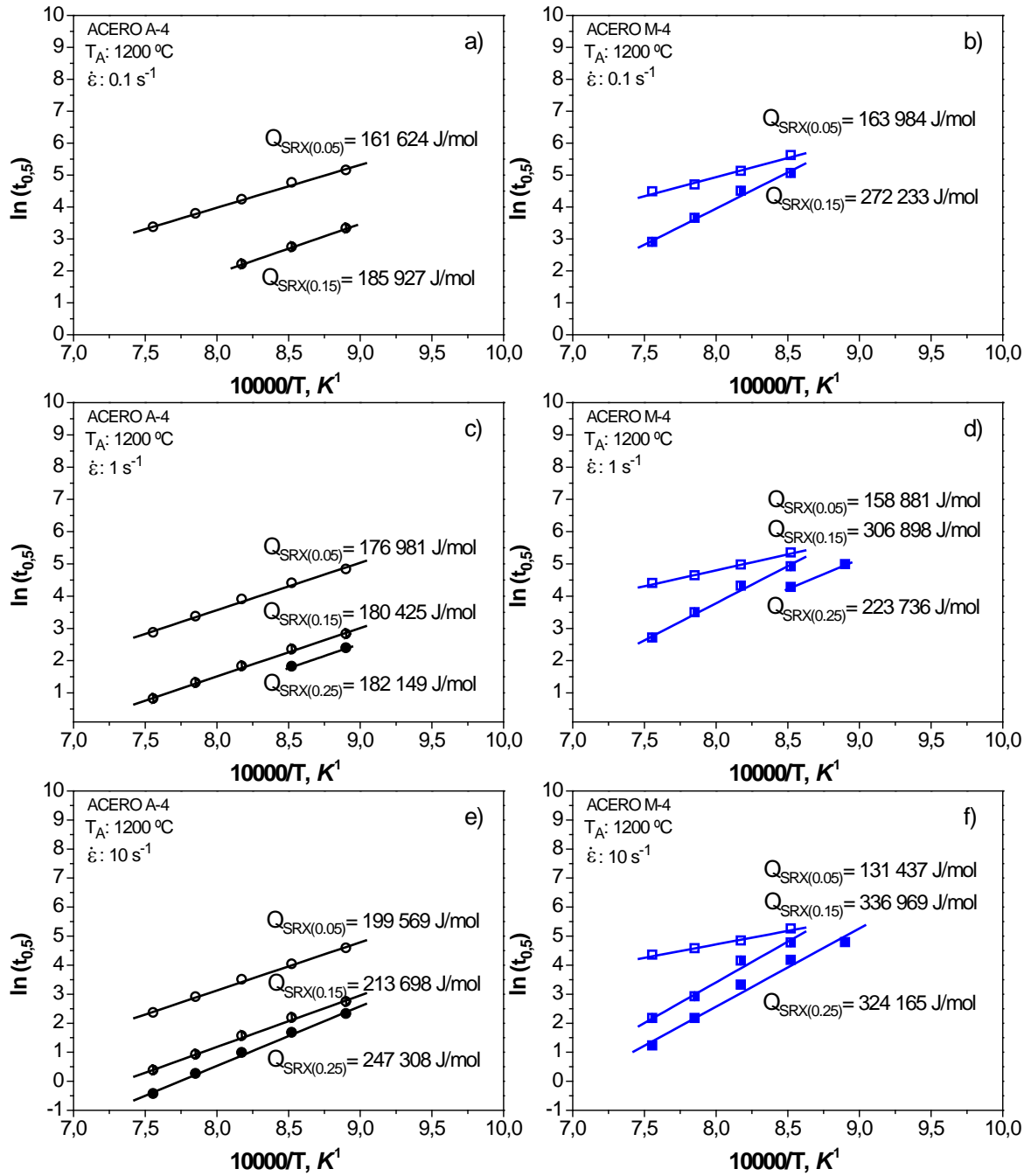


Figura 4.16: Dependencia del  $t_{0.5}$  con la temperatura para los aceros A-4 y M-4.

Diversos investigadores han determinado experimentalmente la energía de activación para la recristalización estática partiendo del estudio de cada composición de aceros. Sin embargo no hacen alusión a la influencia cuantitativa de los átomos de soluto, sino a la cualitativa. No obstante, *Medina y col.* <sup>[53]</sup> publicaron un modelo que refleja el efecto cuantitativo de los elementos más comunes que se emplean y de algunos microaleantes sobre la energía de activación para la SRX, tal y como indica la ecuación (4.9):

$$Q(J/mol) = 148\,636.8 - 71\,981.3[\%C] + 21\,180[\%Mn] + 56\,537.6[\%Si] + 121\,243.3[\%Mo] + 64\,469.6[\%V] + 109\,731.9[\%Nb]^{0.15} \quad (4.9)$$

Empleando la ecuación propuesta por *Medina y col.* <sup>[53]</sup> se determinó la energía de activación en dependencia de la composición química. En el caso del acero base la energía de activación para la recristalización estática calculada brinda un valor de 200 442 *J/mol*, mientras que en el acero microaleado el resultado es de 265 237 *J/mol*, estas energías calculadas mediante la ecuación 4.9 se aproximan a los valores medios determinados experimentalmente.

Los resultados de este trabajo también son comparables con algunas investigaciones previas. Por ejemplo *García-Mateo y col.* <sup>[57]</sup> después de realizar el ajuste del tiempo experimental para el 50 % de recristalización, mediante un tiempo corregido ( $t_{0.5}^*$ ), obtuvo una energía de activación en un acero al C-Mn de 179 *kJ/mol* y en los microaleados al V igual a 257 *kJ/mol*. Éste tiempo corregido fue determinado para diferenciar la contribución de la concentración del elemento microaleante sobre la cinética de SRX a partir de la relación mostrada en la tabla 4.9. Expresión que permitió realizar una comparación entre los tres aceros estudiados, ya que existen diferencias entre los tamaños de granos iniciales y la presencia del vanadio en solución.

Otro de los casos de similar resultado es la investigación realizada por *Zhang y col.* <sup>[58]</sup> empleando el método de relajación de tensiones. Obtuvieron energías de activación en la recristalización estática iguales a 231 y 318 *kJ/mol*, en un acero al C-Mn y otro microaleado al Nb, respectivamente. El rango de temperaturas estudiadas varió entre los 900 a 1100 °C, con deformaciones desde un 10 hasta el 60 % y velocidades de deformación muy amplias de 0.01 a 40 *s*<sup>-1</sup>.

Para establecer la ecuación general que permita determinar el tiempo para la SRX y aunar todas estas variables, se ajusta mediante el método de los mínimos cuadrados los resultados experimentales determinando la constante *A* de la ecuación. Es fácil darse cuenta en la figura 4.17 que la expresión determinada para el acero A-4 permite calcular con buena aproximación el tiempo de la SRX para el rango analizado, salvo algunas dispersiones con la línea de tendencia.

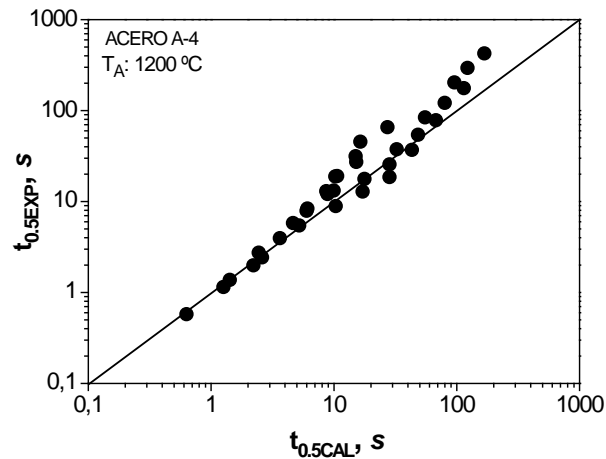


Figura 4.17: Ajuste de los resultados experimentales del  $t_{0.5}$  con los calculados.

Como se comenta en el acero M-4 existen dos rangos de temperaturas a las cuales la influencia de la deformación y velocidad de deformación sobre el tiempo de SRX es diferente, por lo que se optó por realizar el ajuste a estas series de datos. En la figura 4.18 se grafican los tiempos calculados para los dos rangos comparándolos con los tiempos experimentales. Se aprecia con esta simplificación que son necesarias estas consideraciones para proporcionar un mejor ajuste a las ecuaciones. En el rango de temperaturas altas (figura 4.18 a) el ajuste de los tiempos se puede tomar como correcto, salvo algunas desviaciones, pero para temperaturas inferiores e iguales a  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$  existen grandes diferencias de los tiempos, lo cual indica que la aproximación de los cálculos no será favorable en algunos de los casos analizados.

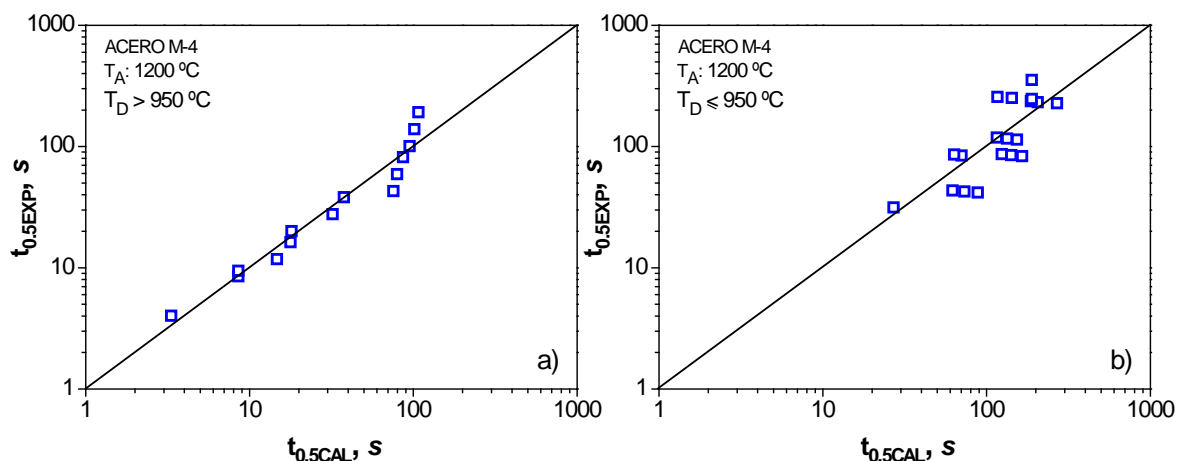


Figura 4.18: Ajuste de los resultados experimentales del  $t_{0.5}$  con los calculados.

En la tabla 4.9 se resumen varias ecuaciones constitutivas para calcular el tiempo de recristalización estática obtenidas en investigaciones previas. Se buscaron composiciones semejantes a los analizados en este trabajo y así establecer una comparación entre ellas. Se

observa que por lo general el exponente de Avrami, de la deformación y velocidad de deformación obtenidos para los aceros microaleados son inferiores a los aceros que no presentan elementos de aleación, y la energía de activación alcanzada es superior. Este comportamiento también está presente en el actual trabajo, salvo el valor del exponente de Avrami que es similar en ambos aceros.

Se observa en esta tabla que la mayoría de autores que analizan aceros microaleados no establecen un rango de temperaturas para determinar el tiempo de recristalización estática. Sin embargo otros <sup>[85,197,203]</sup> analizan la necesidad de poder restringir intervalos de cumplimiento de las ecuaciones, como lo que se establece en el actual trabajo.

Tabla 4.9: Comparación entre los modelos determinados en el trabajo y de otros autores.

Tipo de acero	Ecuaciones para la recristalización estática, para $\epsilon \leq \epsilon_c$	n	Referencia
0.18C–1.66Mn–0.47Si *	$t_{0.5} = 1.78 \times 10^{-9} \cdot \epsilon^{-1.70} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.16} \exp [193\,460/RT]$	1.1	Actual
0.18C–1.50Mn–0.44Si – 0.026Nb–0.09V *	Para $T > 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ $t_{0.5} = 2.43 \times 10^{-10} \cdot \epsilon^{-1.47} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.14} \exp [239\,788/RT]$ Para $T \leq 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ $t_{0.5} = 7.28 \times 10^{-10} \cdot \epsilon^{-0.63} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.06} \exp [239\,788/RT]$	1.1	Actual
0.15C–0.74Mn–0.21Si ** 0.21C–1.10Mn–0.20Si–0.062V ** 0.21C–1.08Mn–0.18Si–0.024Nb **	$t_{0.5} = 3.754 \times 10^{-4} \exp [-7.869 \times 10^{-5} \cdot Q] \cdot d_0 \cdot \epsilon^S \cdot \dot{\epsilon}^{-0.53} \exp [Q/RT]$ $Q\text{ (J/mol)} = 148636.8 - 71981.3[C] + 56537.6[Si] + 21180[Mn] + 121243.3[Mo] + 64469.6[V] + 109731.9[Nb]^{0.15}$ $S = -4.3d_0^{-0.169}$	0.62÷ 1.02 0.58÷ 0.74 0.68÷ 0.88	[53]
0.91C–0.49Mn–0.21Si **	$t_{0.5} = 4.2 \times 10^{-16} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.34} \exp [270000/RT]$	1.3	[56]
0.24C–1.56Mn–0.28Si–0.18V *	$t_{0.5}^* = t_{0.5} / (d_0 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.44} \exp [((275000/T) - 185) \cdot 0.0585 \cdot [V]])^{0.0}$	0.5÷ 1.1	[57]
0.052C–1.77Mn–0.24Si–0.048Nb–0.089V–0.014Ti *	$t_{0.5} = A \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-1.7} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [259000/RT]^0$	1.3	[60]
0.07C–1.5Mn–0.2Si–0.04V–0.03Nb **	$t_{0.5} = 2.9 \times 10^{-21} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-2.5} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.3} \exp [390000/RT]$	–	[61]
0.04C–0.30Mn–0.009Si **	$t_{0.5} = 4.35 \times 10^{-13} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-0.68} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [248000/RT]$	2	[85]

CAPÍTULO 4. ECUACIONES CONSTITUTIVAS QUE DECRIBEN LOS FENÓMENOS EXISTENTES

0.045C–0.45Mn– 0.069Si–0.08V **	$t_{0.5} = 4.29 \times 10^{-15} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [262000/RT]$	0.5	[85]
0.08C–0.48Mn– 0.045Si–0.036Nb **	$t_{0.5} = 4.10 \times 10^{-17} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [338000/RT]$	0.5	[85]
0.07C–0.76Mn– 0.014Si–0.023Nb – 0.013Ti **	$t_{0.5} = 1.52 \times 10^{-14} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-1.5} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [275000/RT]$	0.77	[85]
0.07C–1.35Mn– 0.14Si–0.086Nb – 0.047Ti **	Para $T > 1120\text{ }^{\circ}\text{C}$ $t_{0.5} = 7.25 \times 10^{-18} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2.8} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [349000/RT]$ Para $T < 1120\text{ }^{\circ}\text{C}$ $t_{0.5} = 1.00 \times 10^{-12} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2.8} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.33} \exp [216000/RT]$	1.32	[85]
0.1C–1.42Mn– 0.31Si–0.035Nb **	$t_{0.5} = 9.92 \times 10^{-11} \cdot d_0 \cdot \epsilon^S \cdot \dot{\epsilon}^{-0.53} \exp(180000/RT) \exp [(275000/T - 185) \times ([\text{Nb}] + 0.37 [\text{Ti}])]$ $S = -5.6 d_0^{-0.15}$	1	[134]
0.12C–1.5Mn– 0.01Ti–0.045V– 0.025Nb **	$t_{0.5} = 5.0 \times 10^{-18} \cdot d_0^2 \cdot (\epsilon - 0.058)^{-3.5} \exp [280000/RT]$	1.7	[136]
1.1C–0.63Mn– 0.23Si–0.17V **	$t_{0.5} = (0.4(\text{V}+\text{Si})+1.1) \times 10^{-17} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.4} \exp [300000/RT]$	0.9÷ 1.1	[138]
0.085C–0.95Mn– 0.29Si–0.045Nb **	$t_{0.5} = 1.9 \times 10^{-18} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-2.8} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.41} \exp [324000/RT]$	1	[141]
0.068C–1.47Mn– 0.202Si **	$t_{0.5} = 2.1 \times 10^{-16} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-3.1} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.43} \exp [264000/RT]$	1	[142]
0.071C–1.50Mn– 0.205Si–0.032Nb **	$t_{0.5} = 4.0 \times 10^{-16} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-3.1} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.43} \exp [246000/RT]$	1	[142]
C–Mn **	$t_{0.5} = 2.5 \times 10^{-19} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-4} \exp [300000/RT]$	1÷2	[143]
0.45C–1.2Mn– 0.6Si–0.1V **	$t_{0.5} = 8.04 \times 10^{-7} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-0.65} \cdot \dot{\epsilon}^{-1.24} \exp [98000/RT]$	1.02	[149]
0.084C–1.049Mn– 0.026Nb–0.038Al **	$t_{0.5} = 8.1 \times 10^{-18} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-1.69} \exp [330000/RT]$	0.85 ÷1.02	[170]
0.17C–0.74Mn– 0.04Al **	$t_{0.5} = 8.31 \times 10^{-16} \cdot d_0^{3/2} \cdot \epsilon^{-3/2} \cdot \dot{\epsilon}^{-1/3} \exp [263000/RT]$	–	[191]
0.47C–0.78Mn– 0.24Si *	$t_{0.5} = A \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.44} \exp [189000/RT]^{oo}$	1.2	[194]
0.24C–1.56Mn– 0.28Si–0.18V *	$t_{0.5} = A \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.44} \exp [246000/RT]^{oo}$	1	[194]

CAPÍTULO 4. ECUACIONES CONSTITUTIVAS QUE DECRIBEN LOS FENÓMENOS EXISTENTES

0.15C–1.91Mn– 0.04Si *	$t_{0.5} = 6.38 \times 10^{-9} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.18} \exp [229000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.178C–1.93Mn– 0.53Si *	$t_{0.5} = 1.35 \times 10^{-10} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.18} \exp [275000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.179C–1.91Mn– 1.08Si *	$t_{0.5} = 1.07 \times 10^{-10} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.18} \exp [285000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.210C–2.04Mn– 1.48Si *	$t_{0.5} = 1.09 \times 10^{-10} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.18} \exp [291000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.196C–1.96Mn– 0.02Si *	$t_{0.5} = 2.17 \times 10^{-11} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.22} \exp [302000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.191C–1.98Mn– 0.02Si *	$t_{0.5} = 1.89 \times 10^{-11} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.22} \exp [313000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.193C–1.89Mn– 0.02Si *	$t_{0.5} = 1.57 \times 10^{-12} \cdot d_0^S \cdot \epsilon^{-2.1} \cdot Z^{-0.22} \exp [349000/RT]$ $S = -2.13d_0^{-0.105}$	1.1 ÷1.4	[195]
0.05C–0.54Mn– 0.28Si **	$t_{0.5} = 1.8 \times 10^{-16} \cdot d_0^{2.56} \cdot \epsilon^{-1.9} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.8} \exp [241000/RT]$	0.54	[196]
0.09C–1.82Mn– 0.02Si–0.054Nb –0.006V–0.14Ti **	Para: $T < 1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $t_{0.5} = 1.18 \times 10^{-11} \cdot d_0^{0.353} \cdot \epsilon^{-1.31} \cdot \dot{\epsilon}^{-1.07} \exp [240000/RT]$ Para: $T > 1150 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $t_{0.5} = 3.81 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.353} \cdot \epsilon^{-1.31} \cdot \dot{\epsilon}^{-1.07} \exp [354000/RT]$	0.6	[197]
0.38C–0.73Mn– 1.04Cr **	$t_{0.5} = 2.23 \times 10^{-11} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-2.6} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.35} \exp [110134/RT]$	0.47	[198]
0.55C–0.78Mn– 0.31Si *	$t_{0.5} = 2.75 \times 10^{-11} \cdot d_0^{1.06} \cdot \epsilon^{-2.45} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.125} \exp [184000/RT]$	1.5	[199]
0.45C–0.63Mn– 0.96Cr–0.19Mo **	$t_{0.5} = 6.19 \times 10^{-13} \cdot d_0^{0.261} \cdot \epsilon^{-4.54} \cdot \dot{\epsilon}^{-1} \exp [187680/RT]$	0.8	[200]
0.07C–0.62Mn– 0.01Si–0.034Nb– 0.067Ti **	$t_{0.5} = 9.92 \times 10^{-11} \cdot d_0 \cdot \epsilon^S \cdot \dot{\epsilon}^{-0.53} \exp [180000/RT] \exp$ $[(275000/RT - 185)(Nb + 0.374T)]$ $S = -5.6d_0^{-0.15}$	1	[201]
C–Mn **	$t_{0.5} = 2.5 \times 10^{-19} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-4} \exp [300000/RT]$	2	[202]
C–Mn–Nb **	$t_{0.5} = 6.75 \times 10^{-20} \cdot d_0^2 \cdot \epsilon^{-4} \exp [300000/RT] \exp$ $[(250000/RT) - 185Nb]$	2	[202]
0.105C–1.23Mn– 0.24Si–0.042Nb **	$T > SRCT: t_{0.5} = 3.94 \times 10^{-13} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-1.96} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.44} \exp$ $[262000/RT]$	–	[203]



	$T < SRCT: Q = 9.82 \times 10^{-63} \cdot d_0^{1.9} \cdot \epsilon^{-4.1} \exp [150000/RT]$ <i>Siendo: <math>SRCT = 1053.5 - 178.3 \ln (1+\epsilon)</math></i>		
0.113C–1.03Mn– 0.226Si–0.095V **	$T > SRCT: t_{0.5} = 3.10 \times 10^{-11} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-1.92} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.44} \exp [198000/RT]$ $T < SRCT: Q = 3.052 \times 10^{-32} \cdot d_0^{1.9} \cdot \epsilon^{-4.5} \exp [700000/RT]$ <i>Siendo: <math>SRCT = 1310 - 373.6 \ln (1+\epsilon)</math></i>	–	[203]
0.145C–1.10Mn– 0.260Si–0.075Ti **	$T > SRCT: t_{0.5} = 3.70 \times 10^{-12} \cdot d_0 \cdot \epsilon^{-2.15} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.44} \exp [227000/RT]$ $T < SRCT: Q = 3.15 \times 10^{-35} \cdot d_0^{1.9} \cdot \epsilon^{-2.9} \exp [800000/RT]$ <i>Siendo: <math>SRCT = 1263 - 220.7 \ln (1+\epsilon)</math></i>	–	[203]

(\*) Ensayos de relajación de tensiones; (\*\*) Ensayos de doble deformación; (°) Ecuación con parámetros no especificados en el trabajo; (°°) Ecuación con parámetros no especificados y supuestos de trabajos previos.

#### 4.2.1.1 Validación del modelo desarrollado.

Anteriormente se establecieron las ecuaciones con las cuales es posible determinar el tiempo para el 50 % de recristalización estática en ambos materiales, que junto con la ecuación de Avrami se describe la fracción de ablandamiento para la recristalización estática. A continuación se establece una comparación entre las fracciones recristalizadas determinadas experimentalmente con las calculadas.

En la figura 4.19 es posible observar la similitud que presenta las fracciones calculadas en el acero A–4 con las experimentales, así como también para el acero M–4 a altas temperaturas en las cuales no interviene la precipitación inducida por la deformación. Sin embargo, se debe tener presente que en el acero microaleado en la mayoría de las condiciones experimentales se interrumpe el ablandamiento por el fenómeno de la precipitación inducida por la deformación. En los casos analizados para el acero microaleado la fracción de ablandamiento será considerada cuando sólo actúa el efecto soluto y no con la precipitación. No obstante el valor de la fracción ablandada cuando la precipitación interviene se puede determinar con la intercepción entre el tiempo de comienzo de la precipitación con la fracción ablandada, y el fin de la meseta coincidirá con el tiempo al cual finaliza la precipitación determinado mediante la expresión propuesta de la cinética de precipitación inducida por la deformación.

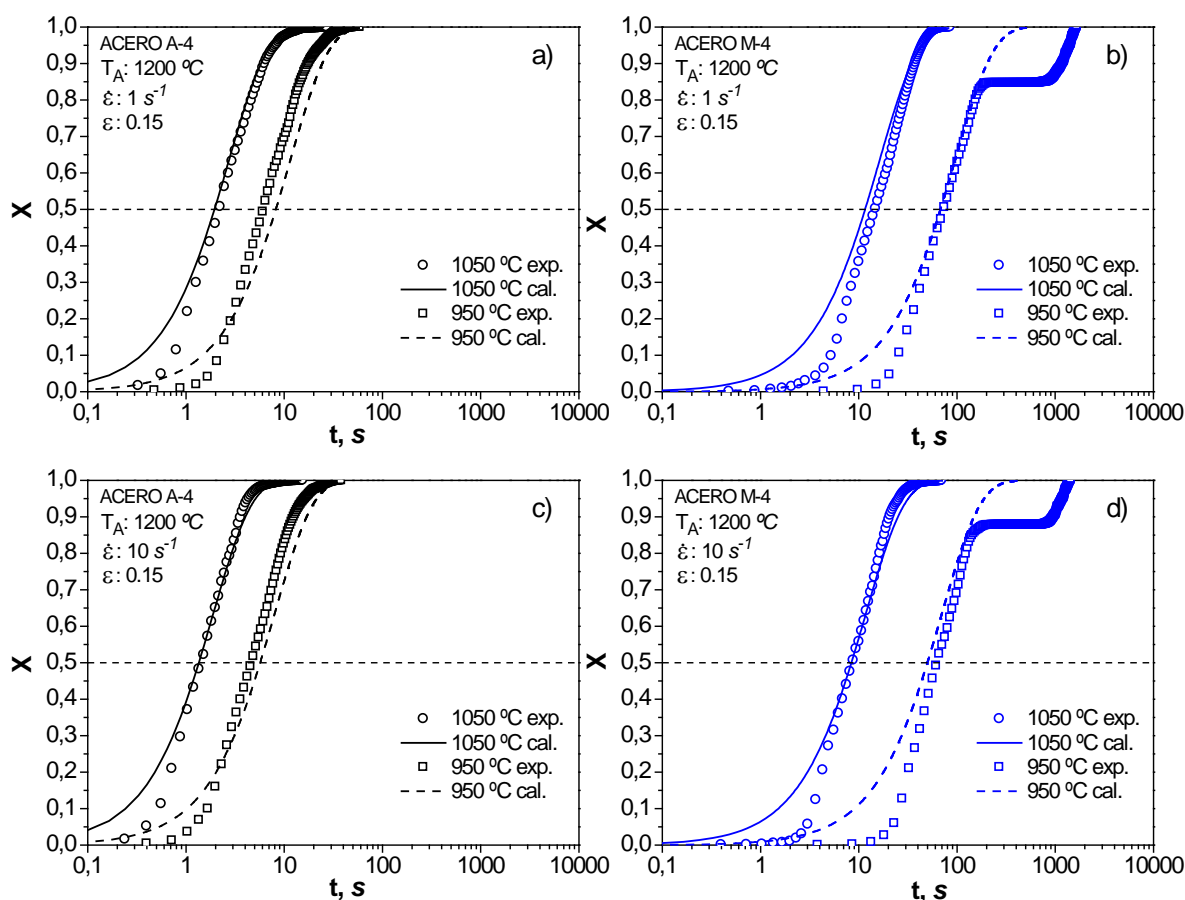


Figura 4.19: Comparación entre la fracción de ablandamiento experimental con la calculada.

Aunque el modelo desarrollado brinde resultados semejantes a los experimentales, es importante destacar que existen ciertas diferencias en las fracciones de ablandamiento, sobre todo al comienzo de la recrystalización. Con las ecuaciones se determina un tiempo de comienzo más rápido del experimental y una fracción ablandada al comienzo mayor. No obstante los tiempos para el 50 % y 95 % de recrystalización son muy próximos.

#### 4.2.2 Ecuaciones para la cinética de recrystalización estática-metadinámica.

En el epígrafe 3.4.2 se explicó que las deformaciones aplicadas en los ensayos de relajación de tensiones en ninguno de los casos supera la deformación total para que ocurra la MDRX, esto quiere decir que está presente durante el ablandamiento un mecanismo mixto SRX + MDRX. Este tipo de ablandamiento presenta cierta semejanza con la recrystalización metadinámica en cuanto a su dependencia con la velocidad de deformación, temperatura y composición química, aunque se establece una cinética más lenta que cuando ocurre la recrystalización metadinámica.

En este apartado se presentan los parámetros que influyen en la cinética de ablandamiento mixto. Similar a lo que sucede en la SRX, la composición química incide notablemente en cada una de las variables analizadas, ya que la adición de elementos en solución sólida provoca un retraso del ablandamiento.

Como paso previo, se determina el exponente de la velocidad de deformación en los dos aceros partiendo de los resultados experimentales. En la figura 4.20 se muestra el comportamiento del exponente, teniendo mayor influencia la velocidad de deformación en el acero base que en el microaleado, resultado semejante al mostrado en la SRX. Como se puede observar la velocidad de deformación tiene una mayor incidencia en la recrystalización mixta SRX + MDRX comparada a cuando actúa la recrystalización estática únicamente.

En diversas investigaciones se ha establecido que la recrystalización metadinámica puede ocurrir en tiempos inferiores en relación a la SRX, ya que se han formado núcleos de la recrystalización que puede seguir creciendo por la migración de los límites de grano, sin observarse periodos de incubación. Sin embargo, cuando el material se deforma a baja deformación, y aunque esta sea algo superior a la deformación crítica, existen unos pocos núcleos formados, por lo que el mecanismo de ablandamiento que impera es la SRX. Por tal motivo, pudiera ser que en los resultados de este trabajo se obtienen exponentes de la deformación inferiores que los que generalmente se encuentran en literatura.

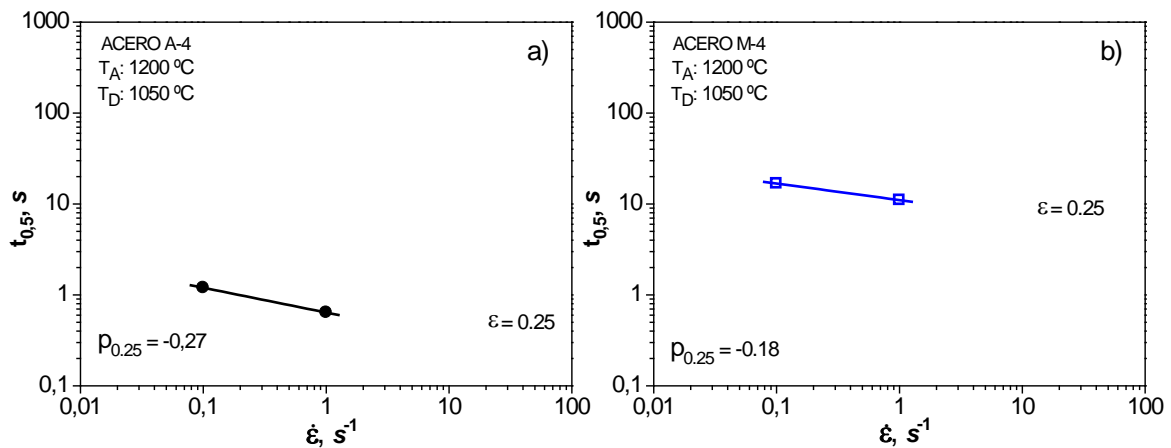


Figura 4.20: Dependencia del  $t_{0.5}$  con la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4.

Es posible observar en la tabla 4.10 que la dependencia de la velocidad de deformación es inferior en los dos aceros a los rangos reportados en literatura para la MDRX. Claro está que durante el proceso impera la SRX, aunque parte del material recrystaliza mediante la MDRX. Se debe de distinguir que en los dos aceros el exponente de la deformación se comporta de forma estable con

la variación de la temperatura, brindando el mismo resultado de  $-0.19$  como valor promedio en ambos materiales.

Tabla 4.10: Exponentes de la velocidad de deformación para los aceros A-4 y M-4.

$\varepsilon$	Material	Temperatura de deformación $T_D$ , °C				
		1050	1000	950	900	850
0.25	Acero A-4	-0.27	-0.18	-0.13	-	-
	Acero M-4	-0.18	-0.20	-0.19	-	-

En literatura generalmente se informan sobre los mecanismos de ablandamiento mediante recristalización metadinámica y no sobre mixtos como el estudiado en el actual trabajo, por lo que se realiza una comparación con los publicados para la MDRX. Por ejemplo, *Elwazri y col.* <sup>[150]</sup> expresan que para este tipo de fenómeno el exponente de la deformación en aceros microaleados presenta un valor promedio de  $-0.6$ , sin embargo *Hodgson y Gibbs* <sup>[187]</sup> analizando un acero al C-Mn obtiene que el exponente de la velocidad de deformación es de  $-0.8$ . Mientras que en otras investigaciones se pueden encontrar rangos del exponente de la deformación entre  $-0.59$  hasta  $-0.86$ . Los exponentes altos se pueden atribuir a los granos finos recristalizados dinámicamente obtenidos durante una alta velocidad de deformación lo que acelera la velocidad de la recristalización metadinámica. Por lo general, los mayores exponentes se encuentran en los aceros con la menor cantidad de microaleantes y de C.

Sin lugar a dudas, la energía de activación para la recristalización metadinámica es menor que la necesaria para recristalizar estáticamente el material. Algunas investigaciones afirman que la energía de activación es de casi la mitad para que el material ablande, aunque se debe de aplicar una deformación elevada y velocidades de deformaciones capaces de dar comienzo a la MDRX. Pero cuando actúa un mecanismo mixto SRX+MDRX los valores de la energía de activación tienden a ser menores que cuando interviene la SRX, pero superiores a cuando ocurre la MDRX.

En la figura 4.21 se establece el ajuste del tiempo experimental en función del inverso de la temperatura. A partir de este gráfico se determinó que la energía de activación promedio para el acero A-4 es de  $147\,622\text{ J/mol}$ , mientras que en el acero M-4 arroja un valor de  $227\,712\text{ J/mol}$ . Nuevamente la energía de activación del acero microaleado es superior que en el acero base, resultados que se caracterizan por ser superiores a los reportados en las diferentes fuentes consultadas.

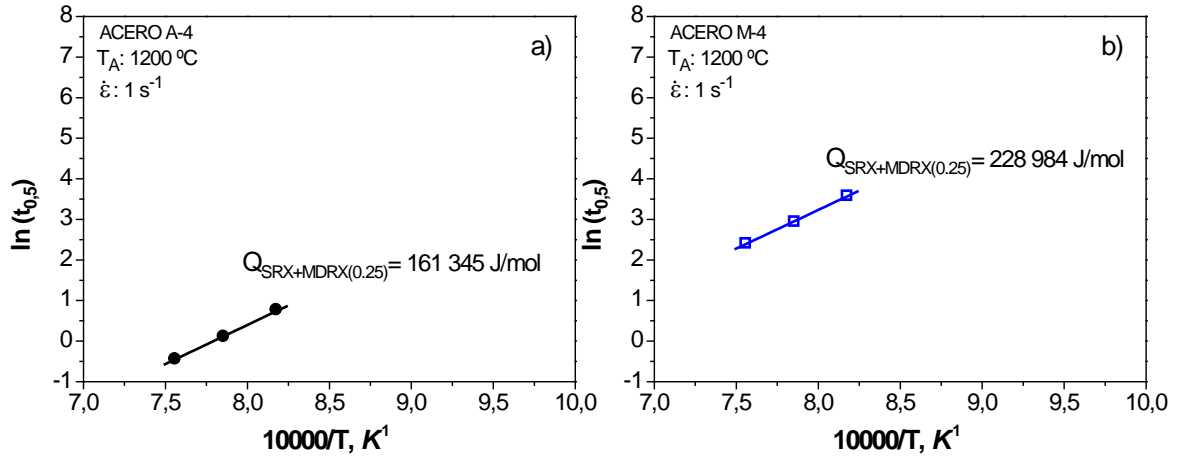


Figura 4.21: Energía de activación para la recristalización SRX + MDRX.

Caso típico es el reportado por *Roucules y Jonas* [204] en el cual analizan tres aceros, uno al C-Mn y los demás microaleados al Nb y Ti, respectivamente. Obtienen que la energía de activación en el primer acero es inferior que en los microaleados, teniendo mayor energía el acero que presenta Nb. Resultado coherente, puesto que el Nb es el elemento que mayor influencia presenta sobre el retraso de la recristalización cuando está en solución sólida o cuando precipita.

Teniendo la influencia de las variables fundamentales que intervienen durante el ablandamiento analizado, como paso siguiente se ajustan los resultados de los tiempos experimentales y se establece la constante de la ecuación general. Los resultados de este ajuste se grafican en la figura 4.22. En este gráfico se muestra una buena aproximación de los tiempos calculados en relación a los experimentales determinados mediante el método de relajación de tensiones.

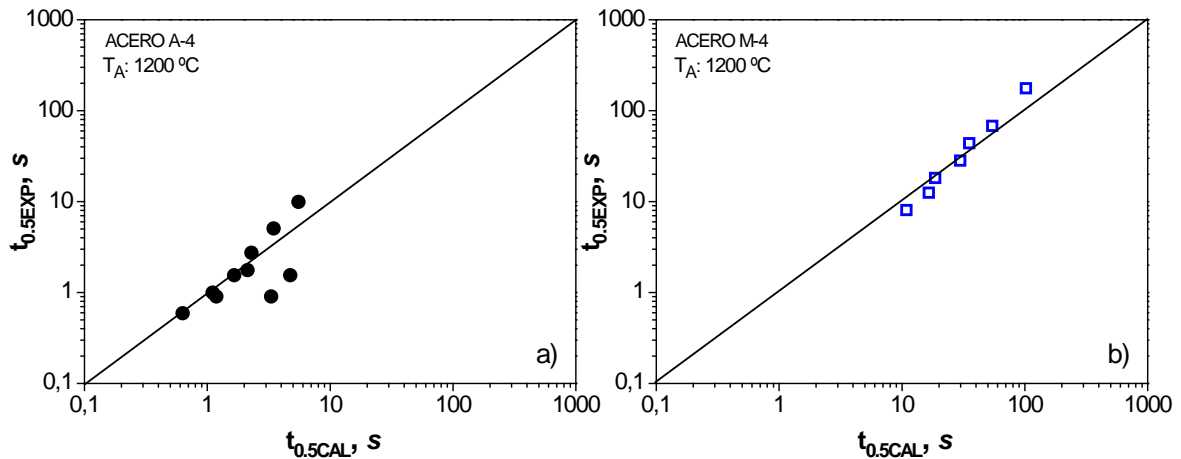


Figura 4.22: Ajuste de los resultados experimentales del  $t_{0.5}$  para la SRX + MDRX con los calculados.

Podemos apreciar que los parámetros obtenidos en el actual trabajo difieren en alguna medida de las ecuaciones propuestas en otros estudios. Las ecuaciones desarrolladas para determinar la

cinética de recristalización metadinámica en investigaciones previas, se resumen en la tabla 4.11. Se destaca un aumento del exponente de la velocidad de deformación así como un descenso de la energía de activación en comparación a las propuestas para la cinética de SRX, así como la no influencia de la deformación. Como se comentó los exponentes y variables presentan una diferencia a los reportados, ya que en las condiciones experimentales establecidas aparece un fenómeno mixto SRX + MDRX, el cual presenta una cinética inferior que si estuviera presente la MDRX como mecanismo de ablandamiento dominante.

A grandes rasgos, se observa en la tabla 4.11 que la energía de activación para la MDRX es superior en los aceros microaleados comparado con los de aceros al C-Mn, y cuando aumenta el contenido de C en el acero la energía tiende a decrecer, observándose esta misma relación en el estudio efectuado por *Medina y col.* [53] en varias composiciones de aceros analizando la SRX.

Tabla 4.11: Comparación entre los modelos brindados en el trabajo con otros autores.

Tipo de acero	Ecuaciones para la MDRX, para $\epsilon > \epsilon_c$	n	Referencia
0.18C-1.66Mn-0.47Si*	$t_{0.5} = 8.57 \times 10^{-7} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.19} \exp [147622/RT]$	1.2	Actual
0.18C-1.50Mn-0.44Si-0.026Nb-0.09V *	$t_{0.5} = 8.10 \times 10^{-9} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.19} \exp [227712/RT]$	1.2	Actual
0.91C-0.49Mn-0.21Si **	$t_{0.5} = 1.5 \times 10^{-6} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.61} \exp [146000/RT]$	1.2	[56]
0.07C-1.5Mn-0.2Si-0.04V-0.03Nb **	$t_{0.5} = 1.1 \cdot \dot{\epsilon}^{-1/25}$	-	[61]
0.1C-1.42Mn-0.31Si-0.035Nb **	$t_{0.5} = 1.77 \times 10^{-6} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.62} \exp [153000/RT]$	1	[134]
0.085C-0.95Mn-0.29Si-0.045Nb **	$t_{0.5} = 1.05 \times 10^{-7} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.85} \exp [157000/RT]$	1	[141]
0.068C-1.47Mn-0.202Si **	$t_{0.5} = 8.4 \times 10^{-9} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.84} \exp [186000/RT]$	1	[142]
0.071C-1.50Mn-0.205Si-0.032Nb **	$t_{0.5} = 4.3 \times 10^{-8} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.84} \exp [160000/RT]$	1	[142]
0.45C-1.2Mn-0.6Si-0.1V **	$t_{0.5} = 6.3 \times 10^{-4} \cdot d_0^{0.4} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.4} \exp [67000/RT]$	1.06	[149]
0.28C-0.52Mn **	$t_{0.5} = 0.4 \cdot (\dot{\epsilon} \cdot \exp [300000/RT])^{-0.80} \exp [240000/RT]$	-	[168]
0.47C-0.66Mn-0.12V-0.016Nb **	$t_{0.5} = 1.84 \cdot (\dot{\epsilon} \cdot \exp [330000/RT])^{-0.86} \exp [271000/RT]$	-	[168]
C-Mn ** °	$t_{0.5} = k_{md} \cdot (\dot{\epsilon} \cdot \exp [300000/RT])^{-0.8} \exp [230000/RT]$	1.5	[187]

0.17C–0.74Mn– 0.04Al **	$t_{0.5} = 2.13 \times 10^{-6} \cdot \dot{\epsilon}^{-2/3} \exp [133000/RT]$	–	[191]
C–Mn ** °	$t_{0.5} = 1.06 \times 10^{-5} \cdot Z^{-0.6} \exp [300000/RT]$	2	[202]
0.063C–1.2Mn– 0.22Si–0.18Mo **	$t_{0.5} = 6.66 \times 10^{-6} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.61} \exp [123000/RT]$	0.6÷1.5	[204]
0.061C–1.2Mn– 0.20Si–0.039Nb **	$t_{0.5} = 4.42 \times 10^{-7} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.59} \exp [153000/RT]$	0.5÷1.8	[204]
0.055C–1.3Mn– 0.24Si–0.16Ti **	$t_{0.5} = 8.90 \times 10^{-6} \cdot \dot{\epsilon}^{-0.83} \exp [125000/RT]$	0.5÷1.2	[204]

(\*) Relajación de tensiones; (\*\*) Doble deformación; (°) No se especifican algunos valores o composiciones.

#### 4.2.2.1 Validación del modelo desarrollado.

En la figura 4.23 se presentan algunas fracciones de ablandamiento determinadas mediante las ecuaciones propuestas del tiempo y fracción recrystalizada, comparando las curvas teóricas con las experimentales.

Es posible observar cierta dispersión de la fracción calculada al principio de las curvas para el acero A-4 (figuras 4.23 a y c), aunque esta diferencia de fracciones entre las curvas experimentales y la calculadas no es representativa. No obstante, los tiempos para el 50 % de recrystalización y el final presentan buena correspondencia. Sin embargo, en el acero microaleado en las curvas experimentales aparecen durante el ablandamiento una meseta (figura 4.23 b y d). Ésta representa el frenado momentáneo de la recrystalización por el proceso de precipitación. Bajo estas condiciones no se ha ajustado una ecuación que siga esta cinética, pero se puede determinar los tiempos de inicio de la precipitación y final con la ecuación que se propone en el siguiente apartado. El punto donde coincida la fracción recrystalizada con el tiempo determinado mediante la ecuación de la precipitación pertenecerá al comienzo del proceso de no recrystalización.

En cuanto al comportamiento del acero microaleado, podemos observar que de la fracción recrystalizada calculada se aproxima a la experimental hasta que acontece el fenómeno de precipitación dinámica, y en los casos en donde no aparece la precipitación existe una buena correspondencia. Aunque exista ciertas diferencias entre los valores determinados experimentalmente con los calculados se puede tomar las ecuaciones propuestas como válidas.

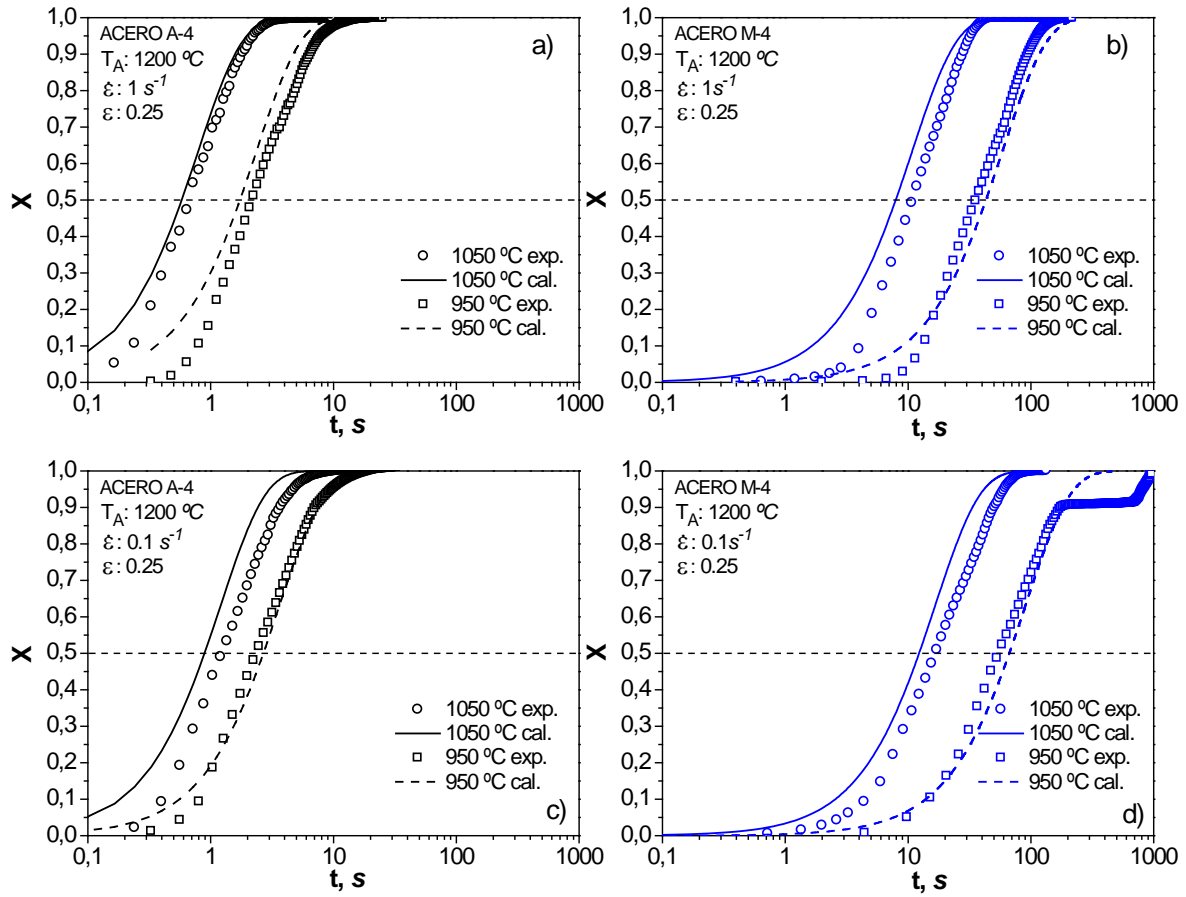


Figura 4.23: Comparación entre la fracción de ablandamiento experimental con la calculada.



### 4.3 Ecuaciones constitutivas que describe la cinética de precipitación en el acero microaleado al Nb–V.

Como es conocido la precipitación es uno de los fenómenos más importantes que acontece en el procesamiento en caliente de aceros microaleados, durante la deformación, entre deformaciones sucesivas y en la transformación de fase. Este fenómeno juega un rol fundamental durante el proceso en el control de la microestructura austenítica, sobre todo durante los ablandamientos estáticos, porque logra inhibir la recrystalización, influye en la posterior transformación de la austenita y en las propiedades mecánicas finales del acero.

La cinética de precipitación inducida por la deformación se puede obtener mediante técnicas experimentales o por medio de ecuaciones constitutivas, que logran simplificar el análisis de los resultados y ayudan a dar una respuesta rápida al diseño de los procesos, siendo esta última una herramienta de las más empleadas en la actualidad. Se ha observado en varias publicaciones que la ecuación teórica más utilizada para predecir el comportamiento de la precipitación inducida por la deformación es la propuesta por *Dutta y Sellars* [88]. Esta ecuación 4.10 relaciona la influencia de la composición química, así como las variables de deformación impuestas sobre el tiempo para el 5 % de precipitación, con el inconveniente de que esta relación se aplica sólo para aceros microaleados únicamente al Nb.

$$t_{0.05} = A[Nb]^{-1} \varepsilon^{-1} Z^{-0.5} \exp\left(\frac{270000}{RT}\right) \exp\left(\frac{B}{T^3 (\ln k_s)^2}\right) \quad (4.10)$$

donde  $A$  y  $B$  son constantes que depende de la composición del acero,  $Nb$  el porcentaje en peso,  $\varepsilon$  la deformación aplicada,  $Z$  el parámetro de Zener–Hollomon,  $R$  la constante universal de los gases,  $T$  la temperatura absoluta y  $k_s$  el producto de solubilidad.

Posteriormente otra ecuación teórica fue propuesta por *Liu y Jonas* [81] para determinar la precipitación inducida por la deformación en aceros microaleados al Ti. La ecuación 4.11 presentada por estos autores muestra cierta semejanza con la obtenida por *Dutta y Sellars* [88], ya que parten de la teoría clásica de la nucleación. Sin embargo proponen nuevos términos y es aplicable en principio a los aceros microaleados al Ti.

$$P_s = H(\rho X_{Ti})^{-1} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \exp\left(\frac{\Delta G^*}{k_s T}\right) \quad (4.11)$$

donde  $H = N_c a^3 / D_0$  es una constante dependiente de  $N_c$  el número de núcleos de precipitados,  $a$  el

parámetro de red de la austenita,  $D_0$  la constante de difusión del Ti en la austenita,  $\rho$  es la densidad de dislocaciones,  $X_{Ti}$  la concentración del elemento en solución,  $Q$  la energía de activación,  $\Delta G^*$  energía libre para la nucleación.

Se puede apreciar en esta ecuación que no presenta los términos que puedan caracterizar los parámetros de deformación. Sólo la densidad de dislocaciones es la que de forma indirecta refleja el efecto de la deformación y velocidad de deformación.

No obstante *Medina y Quispe* <sup>[205]</sup> proponen la ecuación 4.12 basándose en la expresión desarrollada por *Dutta y Sellars* <sup>[88]</sup>. Expresión que fue modificada en gran parte de sus términos, muestra una dependencia con la variación de la composición química en aceros microaleados al V, Nb, V-Ti y Nb-Ti, e implementa un nuevo término, el tamaño de grano austenítico de partida.

$$t_{0.05} = A' \cdot \varepsilon^{-\beta} \cdot \dot{\varepsilon}^{-0.19} \cdot D^{0.48} \cdot \exp\left(\frac{Q_d}{RT}\right) \cdot \exp\left(\frac{B'}{T^3 (\ln k_s)^2}\right) \quad (4.12)$$

siendo  $A'$  y  $B'$  constantes que dependen del producto de solubilidad,  $\beta$  es el exponente de la deformación,  $D$  el tamaño de grano austenítico y  $Q_d$  la energía de activación para la deformación. Estos autores observaron que el exponente de la deformación variaba con la composición del microaleante, siendo este último diferente al valor constante de  $-1$  tomado en la ecuación 4.10. Partiendo del estudio de diversos aceros proponen la expresión (4.13) para determinar el exponente de la deformación, siendo  $w$  el porcentaje en peso del Nb o V.

$$\beta = 1.96 \left[ 1 - \exp\left(-3.994 \cdot 10^{-2} \left(\frac{1}{w}\right)^{0.813}\right) \right] \quad (4.13)$$

Se observa en esta relación que la magnitud del exponente de la deformación actúa sobre el período de incubación, pero esta influencia disminuye con el aumento del contenido de Nb o V. Es conocido que cuando la deformación se incrementa, también lo hace el número de dislocaciones, por ende existe un aumento de los sitios potenciales para la nucleación de los precipitados. Sin embargo, este efecto se debilita a medida que son adicionados elementos microaleantes al acero, ya que las fuerzas “químicas” asociadas al contenido de microaleante tiende a crecer <sup>[205]</sup>.

*Siciliano y Jonas* <sup>[15]</sup> proponen una ecuación que tiene en cuenta la adición de otros elementos al acero que modifican la cinética de precipitación de los carbonitruros de Nb. Partiendo de la ecuación propuesta por *Dutta y Sellars* <sup>[88]</sup>, proponen la ecuación 4.14 que permite determinar la influencia del Mn y el Si, elementos que modifican perceptiblemente el producto de solubilidad del carbonitruto de Nb.

$$t_{ps} = \frac{t_{ps}^{DS}}{10^{(-0.26-0.90Mn+2.85Si)}} \quad (4.14)$$

siendo el numerador el tiempo determinado a partir de la expresión 4.10 propuesta por *Dutta* y *Sellars* [88] y el denominador pasa a ser la corrección de la influencia de ambos elementos en solución.

En estos trabajos y otras publicaciones se emplean estas ecuaciones que describen con buen grado de precisión la cinética de precipitación de algunas familias de aceros microaleados al Nb, Ti, V, V-Ti y Nb-Ti, pero presentan el inconveniente de que generalmente analizan aceros con un sólo elemento microaleante y la influencia de la adición en el acero al Nb-V no se ha estudiado. Es posible observar que cuando en la microaleación pasan a constituir varios elementos, el comportamiento de la cinética de precipitación es más complejo que al estar los microaleantes de forma individual. Este resultado se puede deber a que en un rango de temperaturas es posible la formación de carbonitruros complejos, mientras que para otro intervalo de temperatura el elemento que se encuentra en solución, puede interferir en la cinética de precipitación.

Algunos de los trabajos publicados [74,206] han analizado aceros que presentan más de un elemento microaleante como si se tratase de un sólo componente. Para ello simplifican los cálculos empleando en estas expresiones el elemento que forma compuestos más estables (i.e. Nb) y de mayor fracción precipitada. Es posible observar que las simplificaciones no son del todo incorrectas, ya que el elemento más estable es el que predominará durante la cinética de precipitación. No obstante estas acotaciones conlleva a cometer errores a la hora de construir las curvas teóricas PTT, así como su influencia en la cinética de recristalización estática y/o metadinámica.

En la figura 4.24 se observa que las curvas PTT determinadas mediante las ecuaciones propuestas (y suponiendo el Nb como único elemento de microaleación) y explicadas anteriormente, no se ajustan a la cinética de precipitación hallada mediante el método de relajación de tensiones. Las condiciones que se establecieron para comparar los resultados fue bajo una deformación de 0.05 y velocidad de deformación igual a  $0.1 \text{ s}^{-1}$ . Para otras condiciones de conformado el comportamiento es semejante al presentado en la figura 4.24. Existen diferencias entre los tiempos determinados por los modelos y los experimentales. Estas condiciones no fueron graficadas para brindar una explicación más clara puesto que las curvas estarían cercanas unas de otras.

El motivo de tal diferencia se puede deber a que el producto de solubilidad empleado para determinar la cinética de precipitación considera la formación de Nb(C,N), sin tener en cuenta la

influencia del V como aleante. Sin embargo, los resultados experimentales de este trabajo confirman que el V interfiere en la cinética de precipitación cuando precipita y cuando parte de él está disuelto. Por tal motivo, es necesario proponer la ecuación que describa la cinética de precipitación en el acero microaleado al Nb-V. Partiendo de estos resultados se podrá construir las curvas PTT bajo otras condiciones a las analizadas y permitirán obtener los diagramas RPTT teóricos.

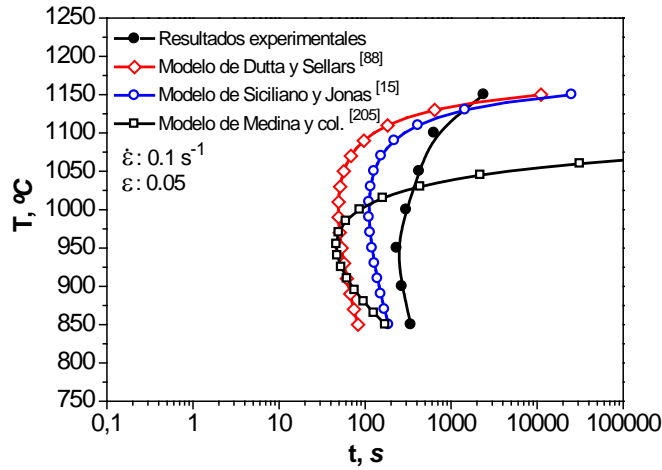


Figura 4.24: Comparación de la curva PTT experimental con los modelos teóricos.

#### 4.3.1 Ecuaciones termodinámicas para el modelo propuesto.

Partiendo de la teoría clásica, *Dutta y Sellars* [88] proponen que la nucleación de los precipitados se puede tomar semejante a la nucleación controlada por la difusión en los sólidos, por lo que la tasa de nucleación por unidad de volumen se puede describir como:

$$J_s \approx \left( \frac{N}{a_\gamma^2} \right) D_{eff} X_\alpha \exp \left( - \frac{\Delta G^*}{k_B T} \right) \quad (4.15)$$

donde  $N$  es el número de sitios de nucleación por unidad de volumen,  $a_\gamma$  es el parámetro de red de la austenita,  $D_{eff}$  es el coeficiente de difusión efectivo de los átomos de soluto,  $X_\alpha$  es la concentración total del soluto,  $\Delta G^*$  es la entalpía crítica libre para la formación de núcleos,  $k_B$  es la constante de Boltzman (que es igual a la constante de los gases entre el número de Avogadro,  $1.38065 \times 10^{-23} \text{ J/K}$ ) y  $T$  la temperatura absoluta.

La densidad de sitios de nucleación ( $N$ ) presente en la anterior ecuación ha sido estimada por *Rusell* [207], basado en el supuesto de que los sitios de nucleación tienen un predominio en las dislocaciones, donde  $\rho$  es la densidad de dislocaciones y  $a_\gamma$  el parámetro de red de la austenita ( $3.54 \times 10^{-10} \text{ m}$ ).

$$N = \frac{\rho}{a_\gamma} \quad (4.16)$$

Es sabido que el coeficiente de difusión efectivo de los átomos de soluto presente en la ecuación 4.15 se expresa según la relación 4.17:

$$D_{\text{eff}} = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (4.17)$$

donde  $D_0$  es el término de difusión pre-exponencial ( $\text{m}^2/\text{s}$ ), y  $Q$  la energía de activación para la difusión del soluto en la austenita ( $\text{J/mol}$ ). Para poder formar precipitados complejos del tipo  $(\text{Nb}_x\text{V}_{1-x})(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$  es necesaria la difusión de los átomos de soluto que componen este compuesto. En vista a que varios autores han obtenido que la difusividad del C y N a altas temperaturas es de 5 a 7 veces superior que las de los elementos Nb y V, se considera que los elementos que controlan la velocidad de nucleación de los precipitados son el Nb y el V.

Por otra parte, si la difusividad y la energía de activación para el Nb y el V son prácticamente iguales, según *Maugis y col.* [208], se puede establecer el valor del término pre-exponencial en la ecuación 4.17 igual a  $0.75 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ , tomando como energía de activación  $270 \text{ kJ/mol}$  tal y como asumieron *Dutta y Sellars* [88], ya que es una valor cercano al reportado para la difusión del Nb y V en la austenita de  $264 \text{ kJ/mol}$  [209].

Entonces la ecuación 4.15 de la velocidad de nucleación de los precipitados se puede delimitar, sustituyendo las ecuaciones 4.17 y 4.16 en la 4.15, teniendo presente que intervienen dos elementos microaleantes (Nb y V). En esta expresión se consideró como concentración total ( $X_a$ ) a la adición de las concentraciones parciales del Nb y del V, ya que estos dos elementos microaleantes presentan similares radios atómicos ( $r_{\text{Nb}} = 1.46 \text{ \AA}$  y  $r_{\text{V}} = 1.34 \text{ \AA}$ ):

$$J_s = \left(\frac{D_0 \rho}{a_\gamma^3}\right) (X_{\text{Nb}} + X_{\text{V}}) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{k_B T}\right) \quad (4.18)$$

La entalpía crítica libre para la formación de núcleos  $\Delta G^*$  es otra de las variables que afecta la velocidad de nucleación, y no es más que la máxima energía que debe ser superada por medio de la activación térmica para formar núcleos, parámetro que queda expresado por la ecuación 4.19, según *Rusell* [207]:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\eta\gamma^3}{3(\Delta G_v)^2} \quad (4.19)$$

donde  $\eta$  es el factor (suponiendo que la nucleación es homogénea el valor se toma igual a 1 [207] y para heterogénea es menor a la unidad),  $\gamma$  es la energía interfacial ( $0.5 \text{ J/m}^2$ ),  $\Delta G_v$  es la entalpía

química para la formación de núcleos. Siguiendo la simplificación propuesta por *Dutta y Sellars* [88], en este estudio se consideró que la entalpía libre sólo está influenciada por el término químico o fuerza química para la nucleación, determinándola mediante la siguiente expresión:

$$\Delta G_v = - \left( \frac{RT}{V_m} \right) \ln k_s \quad (4.20)$$

siendo  $V_m$  el volumen molar del precipitado en  $m^3/mol$ .

Sustituyendo la ecuación 4.20 en la ecuación 4.19, se obtiene que la entalpía libre de formación de núcleos queda expresada de la siguiente manera:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi V_m^2 \eta \gamma^3}{3(-RT \ln k_s)^2} \quad (4.21)$$

La fuerza química para que comience la precipitación en función de la temperatura se puede calcular a partir del producto de solubilidad. Como el acero aquí analizado presenta dos elementos microaleantes (Nb y V), el producto de solubilidad se debe determinar en base a carbonitruros complejos de (Nb,V)(C,N), del tipo  $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$ , según la ecuación propuesta por *Ríos* [210,211]:

$$\begin{aligned} \ln k_{NbVCN} = & x(1-y_1) \ln k_{NbN} + xy_1 \ln k_{NbC} + (1-x)(1-y_2) \ln k_{VN} + (1-x)y_2 \ln k_{VC} \\ & + xy_1 \ln xy_1 + x(1-y_1) \ln x(1-y_1) + (1-x)y_2 \ln (1-x)y_2 + (1-x)(1-y_2) \ln (1-x)(1-y_2) \end{aligned} \quad (4.22)$$

Donde  $x$  e  $y$  son las fracciones atómicas del Nb y del C en el precipitado complejo  $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$ , mientras que  $y_1$ ,  $y_2$ ,  $(1-y_1)$  y  $(1-y_2)$  son las fracciones atómicas del C y del N en los carbonitruros de Nb y V, siendo  $y = xy_1 + (1-x)y_1$  según comenta *Ríos* [74]. El producto de solubilidad de los carburos y nitruros individuales se determina según las expresiones siguientes, detalladas por *Adrian y Pickering* [212]:

$$\log k_{NbN} = 4.04 - 10230/T \rightarrow k_{NbN} = [Nb][N]/10^{4.04-10230/T} \quad (4.23)$$

$$\log k_{NbC} = 2.26 - 6770/T \rightarrow k_{NbC} = [Nb][C]/10^{2.26-6770/T} \quad (4.24)$$

$$\log k_{VN} = 3.02 - 7840/T \rightarrow k_{VN} = [V][N]/10^{3.02-7840/T} \quad (4.25)$$

$$\log k_{VC} = 6.72 - 9500/T \rightarrow k_{VC} = [V][C]/10^{6.72-9500/T} \quad (4.26)$$

Las fracciones atómicas de los elementos  $Nb$  y  $C$  se obtienen mediante la relación 4.27, en función de los resultados de fracción en peso de los elementos que componen el carbonitruto complejo, y en este caso determinados por el FactStage 6.1 a cada temperatura.

$$x_{FA} = \frac{[x]/PA_x}{\sum_x ([x]/PA_x)} \quad (4.27)$$

donde  $[x]$  es la fracción en peso del elemento analizado y  $PA_x$  es el peso atómico. El término sumatorio corresponde a la suma de la composiciones individuales de C, N, Nb y V entre el peso atómico a cada temperatura.

Con los datos acopiados en el programa termodinámico FactSage 6.1 y los cálculos efectuados se establece en figura 4.25 la variación de la fracción atómica con la temperatura para el carbonitruro complejo del tipo  $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$ , resultado semejante al presentado en su estudio por Ríos <sup>[210]</sup> analizando un acero microaleado al Nb–V, denominado en su trabajo como 0.03Nb–0.051V–0.015 N. Sustituyendo cada uno de estos términos en la expresión 4.22 y a su vez implementando las ecuaciones 4.23 hasta la 4.26 se puede determinar el producto de solubilidad del carbonitruro complejo.

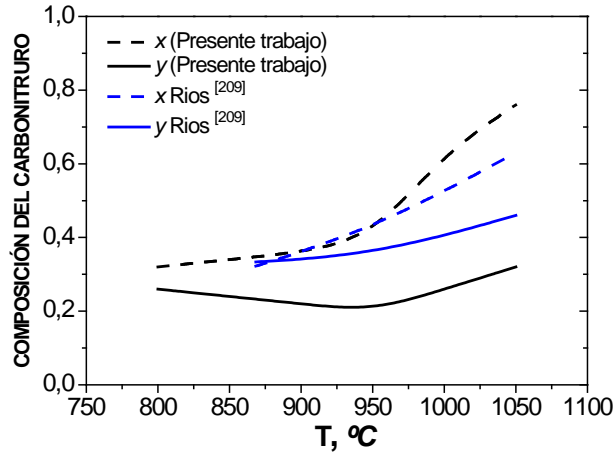


Figura 4.25: Composición del carbonitruro complejo del tipo  $(Nb_xV_{1-x})(C_yN_{1-y})$ .

Park y col. <sup>[86]</sup> comentan que el volumen molar del precipitado complejo ( $m^3/mol$ ) se determina mediante la expresión 4.28:

$$V_m = \frac{N_0 a^3_{NbVCN}}{8} \quad (4.28)$$

teniendo en cuenta que  $N_0$  es el número de Avogadro ( $6.0221 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ ) y  $a_{NbVCN}$  el parámetro de red del carbonitruro complejo. El parámetro de red para estos precipitados complejos se calcula partiendo de la expresión propuesta por Zhou y Kirkaldy <sup>[213]</sup>:

$$a_{NbVCN} = x(1-y_1)a_{NbN} + xy_1a_{NbC} + (1-x)(1-y_2)a_{VN} + (1-x)y_2a_{VC} \quad (4.29)$$

Según Gladman <sup>[214]</sup> los parámetros de red de los carburos y nitruros individuales presentan los siguientes valores:

$$a_{NbN} = 4.39 \text{ \AA} = 4.39 \times 10^{-10} \text{ m} \quad (4.30)$$

$$a_{NbC} = 4.46 \text{ \AA} = 4.46 \times 10^{-10} \text{ m} \quad (4.31)$$

$$a_{VN} = 4.12 \text{ \AA} = 4.12 \times 10^{-10} \text{ m} \quad (4.32)$$

$$a_{VC} = 4.15 \text{ \AA} = 4.15 \times 10^{-10} \text{ m} \quad (4.33)$$

#### 4.3.2 Comienzo de la precipitación inducida por la deformación.

Partiendo de las ecuaciones termodinámicas y aproximaciones detalladas anteriormente, se procede a establecer la ecuación del comienzo de la precipitación, modificando en algunos de los términos la ecuación establecida por *Dutta y Sellars* [88]. Estos autores determinaron que el comienzo de la precipitación se puede definir como el número de núcleos por unidad de volumen formados durante un intervalo de tiempo:

$$N^* = \int_0^t J dt \quad (4.34)$$

Partiendo de que  $N^*$  debe ser el número crítico de núcleos por unidad de volumen que se deben formar en un tiempo  $t_{0.05} = P_s$  para que la nucleación de los precipitados sea detectada, y considerando que ésta representa el 5% de precipitación, entonces el tiempo de comienzo de la precipitación  $P_s$  es igual a:

$$t_{0.05} = P_s = \frac{N^*}{J_s} \quad (4.35)$$

Combinando las ecuaciones 4.18, 4.21 y 4.35, se tiene que el tiempo de comienzo de precipitación se determina mediante la siguiente expresión:

$$t_{0.05} = C[X_{Nb} + X_V]^{-1} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \exp\left(\frac{B}{T^3(\ln k_s)^2}\right) \quad (4.36)$$

Como el término  $C$  es dependiente de la densidad de dislocaciones, del parámetro de red de la austenita y la constante de difusión pre-exponencial, es posible expresarla mediante la siguiente relación:

$$C = \frac{N^* a_v^3}{D_0 \rho} = \frac{N^*}{\alpha} \quad (4.37)$$

Tal y como comentan *Dutta y Sellars* [88] la constante  $C$  depende de la deformación siguiendo la relación que se muestra en la ecuación 4.37. Estos investigadores determinaron que el exponente



presenta un valor de  $-1$ , aunque el rango se encontraba entre  $-0.75$  hasta  $-1.5$ . Asumieron que la deformación solamente tiene influencia sobre la densidad de sitios de nucleación y no en su naturaleza [88], por lo que esta variable se considera que pudiera no tener influencia sobre el valor de  $B$ . Aunque en un estudio posterior *Medina y Quispe* [205] establecen un valor diferente del exponente, validando que es dependiente de la cantidad de microaleante adicionado a la aleación.

$$C \propto \dot{\epsilon}^{-n} \quad (4.38)$$

Para comprobar la dependencia del inicio de la precipitación con la deformación, se estableció un ajuste con los resultados experimentales. En la figura 4.26 se muestra la tendencia del exponente de la deformación para una temperatura de  $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ , siguiendo prácticamente la misma dependencia a todas las temperaturas.

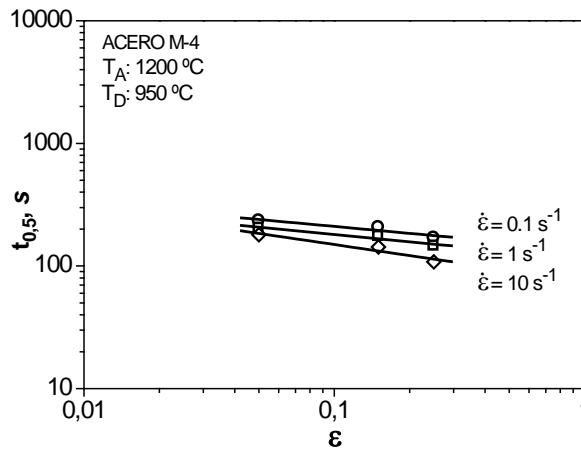


Figura 4.26: Dependencia del tiempo para el 5 % de precipitación vs. deformación.

Los resultados del ajuste a los datos experimentales se resumen en la tabla 4.12, revelando que el exponente varía entre  $-0.11$  hasta  $-0.38$ , con una pequeña dependencia de la velocidad de deformación y la temperatura, y como valor promedio se obtiene un resultado de  $-0.24$ . Con estos valores se confirma que en el acero analizado la deformación no presenta una influencia significativa sobre el comienzo de la precipitación, siendo muy inferior el exponente a los obtenidos en otros estudios para aceros microaleados. Por ejemplo *Medina y col.* [215] obtuvieron que en aceros microaleados al Nb, V y Ti los exponentes oscilaron entre  $-1.96$  hasta  $-0.33$ . Sin embargo reportan que si el contenido de aleante se incrementa hasta valores cercanos a  $0.2\text{ }%$  el exponente de la deformación desciende hasta aproximadamente  $-0.25$ . Se distingue que el actual acero presenta un valor promedio del exponente semejante al valor predicho por los autores anteriores y la suma de los elementos que interfieren en la precipitación es igual a  $0.116$ , demostrando con este hecho la teoría reportada por *Medina y col.* [215] que un incremento de la microaleación hasta cierta cantidad influye directamente en el exponente de la deformación.

Tabla 4.12: Exponentes de la deformación en la cinética de precipitación.

$\dot{\epsilon}$	Temperatura de deformación $T_D$ , °C						
	1150	1100	1050	1000	950	900	850
$0.1 \text{ s}^{-1}$	-0.38	-0.11	-0.13	-0.15	-0.18	-0.23	-0.32
$1 \text{ s}^{-1}$	–	–	-0.21	-0.15	-0.20	-0.25	-0.34
$10 \text{ s}^{-1}$	–	–	-0.24	-0.25	-0.30	-0.25	-0.35

Parece ser que la cinética de precipitación en el presente acero al Nb–V no sólo es más lenta que cuando se adicionan Nb, V ó Ti, sino que la dependencia con las variables de deformación es muy pequeña. Caso ejemplo es la velocidad de deformación, parámetro que presenta menos influencia sobre el inicio de la precipitación según lo reportado por *Dutta y Sellars* [88], al igual que *Medina y col.* [215]. Parecido a la deformación, éste parámetro presenta un exponente que se determina graficando el tiempo para el comienzo de la precipitación en función del parámetro de Zener–Hollomon, siendo  $m$  igual a 0.5 en el modelo de *Dutta y Sellars* [88]:

$$C \propto Z^{-m} \quad (4.39)$$

En este trabajo se procede a graficar directamente los valores de las velocidades de deformación en función del tiempo para el comienzo de la precipitación, semejante a lo efectuado por *Medina y col.* [215] en que establecen la dependencia de la velocidad de la deformación y no del parámetro de Zener – Hollomon. En la figura 4.27 se muestra el gráfico del tiempo experimental  $\ln(t_{0.05})$  vs.  $\dot{\epsilon}$ , estableciendo su comportamiento a diferentes velocidades de deformación (i.e.  $0.1$ ,  $1$  y  $10 \text{ s}^{-1}$ ) y temperaturas.

Tras analizar los exponentes de la velocidad de deformación estos se encuentran entre  $-0.04$  hasta  $-0.11$ , y como valor promedio  $-0.07$ , resultado que refleja una influencia de la velocidad de deformación muy inferior que para el exponente de la deformación, y relativamente lejano al reportado por *Medina y col.* [205] en que determina un exponente de la velocidad de deformación igual a  $-0.19$  para los aceros al Nb, V y Nb–Ti. Se concluye con estos resultados que la deformación y velocidad de deformación no presentan una influencia significativa en la cinética de precipitación del acero microaleado al Nb–V.

Partiendo de los valores anteriores, es posible establecer una dependencia de la constante  $C$  con los dos parámetros antes mencionados, según la ecuación 4.40:

$$C = A'' \epsilon^{-0.24} \dot{\epsilon}^{-0.07} \quad (4.40)$$

donde  $A''$  es una constante que aúna varias variables, tales como el número de núcleos, el término pre-exponencial de la difusión y el parámetro de red.

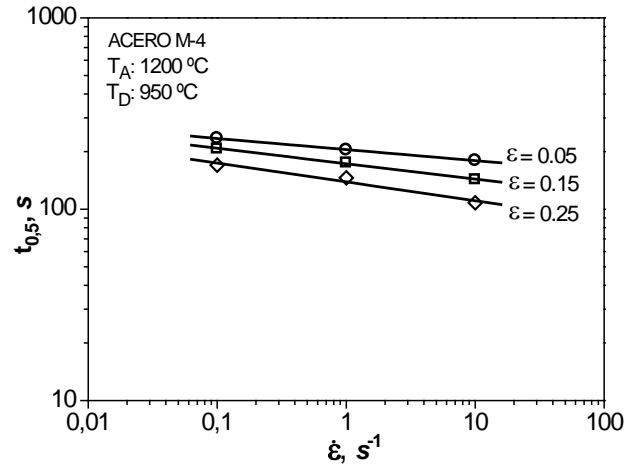


Figura 4.27: Dependencia del tiempo para el 5 % de precipitación vs. velocidad de deformación.

Establece *Dutta y Sellars* [88] que para una nucleación heterogénea  $\eta$  toma un valor aproximado de 0.44, y la constante  $B$  queda expresada de la siguiente manera:

$$B = \frac{16\pi N_0 \eta V_m^2 \gamma^3}{3R^3} \quad (4.41)$$

Como en la práctica la nucleación de los precipitados en la austenita es de forma heterogénea en los sitios preferenciales, tales como límites de grano y dislocaciones, el valor real de  $B$  tiende a ser menor que si se tratase de una homogénea. Sustituyendo la ecuación 4.40 en la 4.36, se tiene que el tiempo de comienzo de precipitación será dependiente de la composición y de los parámetros de deformación:

$$t_{0.05} = A [X_{Nb} + X_V]^{-1} \varepsilon^{-0.24} \dot{\varepsilon}^{-0.07} \exp\left(\frac{270000}{RT}\right) \exp\left(\frac{B}{T^3 (\ln k_{NbVCN})^2}\right) \quad (4.42)$$

Sustituyendo el resultado de  $B$  en la ecuación 4.42, valor determinado mediante la expresión 4.41 en la nariz de la curva de precipitación, y ajustando el valor calculado de la constante  $A$  en la nariz de la curva, la ecuación final que describe el comienzo de la precipitación es:

$$t_{0.05} = 2.60 \times 10^{-12} [X_{Nb} + X_V]^{-1} \varepsilon^{-0.24} \dot{\varepsilon}^{-0.07} \exp\left(\frac{270000}{RT}\right) \exp\left(\frac{2.06 \times 10^9}{T^3 (\ln k_{NbVCN})^2}\right) \quad (4.43)$$

En la ecuación 4.43 se establece la relación propuesta para determinar el tiempo para el comienzo de la precipitación inducida por la deformación, y para comprobar estos resultados se grafica en la figura 4.28 el tiempo experimental con el calculado. En esta figura se muestra una buena correspondencia entre los valores experimentales con los teóricos calculados, salvo algunas dispersiones de los resultados.

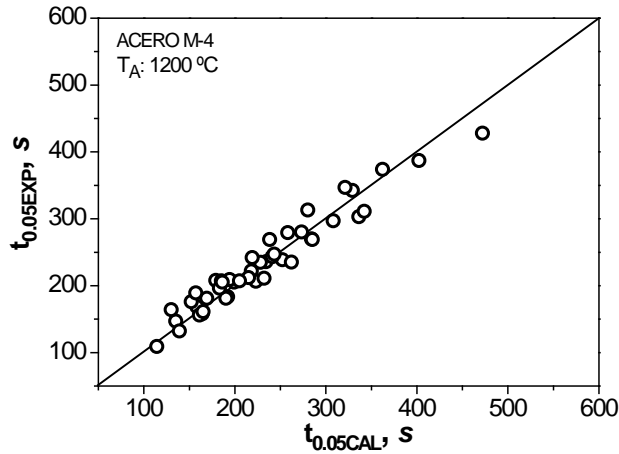


Figura 4.28: Comparación entre los resultados experimentales y los calculados por la ecuación 4.42.

Es importante destacar que los cálculos y ajustes del modelo se consideraron en un rango de temperatura desde los 850 °C hasta los 1050 °C, ya que a temperaturas mayores de los 1050 °C se ha demostrado que la precipitación inducida por la deformación no interfiere durante el ablandamiento del material, aunque ésta si pudiera tener un efecto durante el crecimiento de grano.

#### 4.3.3 Cinética y final de la precipitación inducida por la deformación.

Mediante el método de relajación de tensiones también fue determinado el final de la precipitación, partiendo de estos valores y los de comienzo de precipitación se procede a obtener una ecuación que prediga el final de la precipitación. Los cálculos parten de la metodología planteada por *Medina y col.* [215]. Estos autores se basaron en la ecuación de Avrami para determinar la cinética de precipitación, pues como todo proceso térmicamente activado el fenómeno de precipitación implica de la nucleación y del crecimiento de las partículas:

$$X_p = 1 - \exp \left( \ln 0.95 \left( \frac{t}{t_{0.05}} \right)^n \right) \quad (4.44)$$

donde  $X_p$  es la fracción de precipitados,  $t$  el tiempo de precipitación,  $t_{0.05}$  el tiempo de comienzo de precipitación y  $n$  el exponente de Avrami.

Si en la ecuación 4.44 se sustituye una fracción del 95 % de precipitación, se puede igualar el tiempo  $t$  al  $t_{0.95}$ , por lo que la ecuación 4.44 queda expresada de la siguiente manera.

$$t_{0.95} = \left( \frac{\ln 0.05}{\ln 0.95} \right)^{1/n} t_{0.05} \quad (4.45)$$

Para determinar el valor del exponente  $n$  en la ecuación 4.45 se hace coincidir los tiempos  $t_{0.05}$  y  $t_{0.95}$  en la nariz de la curva de precipitación para cada condición de conformado (i.e. velocidad de deformación y deformación) y realizando ajustes hasta lograr el mínimo de error entre los valores de los tiempos calculados, se determina que el exponente de Avrami es igual a 3.10. La mayoría de los estudios de la cinética de precipitación confirman que el crecimiento de los precipitados es controlado por la difusión, y los valores del exponente fluctúan entre 0.5 y 2.5. Aunque existen estudios realizados por *Medina y col.* [215] en algunas familias de aceros al Ti, V y Nb que reflejan un exponente de 2.96 próximo al determinado en esta investigación.

Luego el exponente se sustituye en la ecuación 4.45 y brinda la relación que permite determinar el tiempo para el 95 % de precipitación en función del comienzo de precipitación, quedando la ecuación expresada como sigue:

$$t_{0.95} = 3.714 \cdot t_{0.05} \quad (4.46)$$

En la figura 4.29 se establece una comparación entre los tiempos de final de precipitación calculados con los experimentales. Se muestra una mayor dispersión de los resultados en este ajuste que para los tiempos de comienzo de precipitación. Aunque existan algunas desviaciones de los valores calculados mediante la expresión 4.46, sobre todo a altas temperaturas, se puede tomar como válida la ecuación propuesta ya que establece resultados muy próximos a los reales en la mayoría de las condiciones.

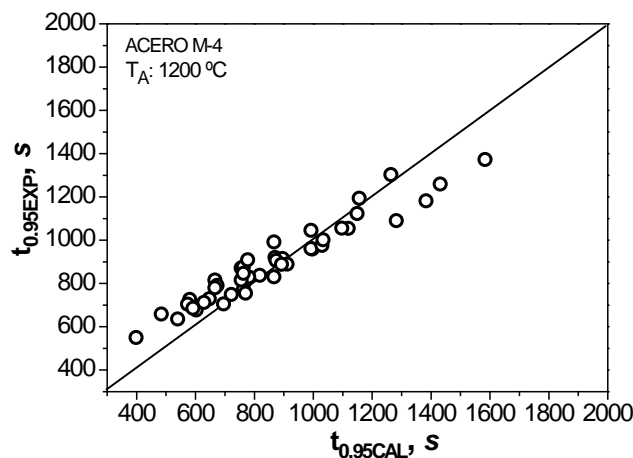


Figura 4.29: Comparación entre los resultados experimentales y los calculados por la ecuación 4.45.

Una vez comprobado que el exponente de Avrami se ajusta a la mayoría de las condiciones experimentales, éste se sustituye en la ecuación 4.44 y se obtiene que la cinética de precipitación se puede determinar mediante la siguiente relación:

$$X_p = 1 - \exp \left[ -0.051 \left( \frac{t}{t_{0.05}} \right)^{3.10} \right] \quad (4.47)$$

#### 4.3.4 Validación del modelo desarrollado para la cinética de precipitación.

Se ha visto que la cinética de precipitación del acero microaleado no presenta gran dependencia de la deformación y velocidad de deformación, puesto que los exponentes calculados son menores a los que se reportan en literatura. La cinética de precipitación está fuertemente afectada por el efecto que tiene el V como elemento ralentizador del comienzo de la precipitación, con la posible interacción con el Si y Mn. El V al formar carbonitruros complejos con el Nb muestra una cinética de precipitación completamente diferente a la alcanzada cuando estos elementos se presentan en el acero de forma individual. La adición de estos microaleantes proporciona un incremento de la temperatura de solubilidad, semejante a lo encontrado por *Speer y col.* [216] cuando analizan aceros microaleados al Nb-V, estableciendo mediante cálculos termodinámicos que cuando la relación Nb/Nb+V es aproximadamente igual a 0.22, la temperatura de solubilidad se encuentra sobre los 1200 °C.

Como se comenta en los epígrafes anteriores en el acero microaleado se ha adaptado un modelo matemático que describe el inicio y final de la precipitación inducida por la deformación, comprobándose en este apartado el grado de exactitud del modelo planteado. Para ello se ha representado en la figura 4.30 algunas curvas de precipitación determinadas experimentalmente y las descritas mediante el modelo matemático. A grandes rasgos, se observa que las curvas calculadas describen de forma muy próxima la cinética de precipitación inducida por la deformación, presentando menores diferencias cuando la velocidad de deformación es lenta, no obstante para las otras condiciones es posible describir la cinética de precipitación con mayor aproximación a los modelos desarrollados por otros investigadores.

Como se comentó, mediante estas ecuaciones es posible determinar los tiempos de inicio y final de precipitación. Con estos tiempos se puede hallar en que instante aparece la meseta de precipitación en las curvas de fracción recristalizada estáticamente, por lo que será posible deducir la fracción recristalizada como el punto en donde se intercepta la curva de fracción recristalizada con el tiempo determinado. Para cualquier condición de conformado, si se hace coincidir el tiempo

calculado con la curva de fracción recrystalizada, se puede inferir que la meseta de precipitación comienza a partir de este instante. De igual manera, el momento en que concluye la precipitación no es más que el intercepto entre el tiempo determinado mediante la ecuación 4.46 con la meseta de precipitación. A partir de ese instante el material puede seguir recrystalizando.

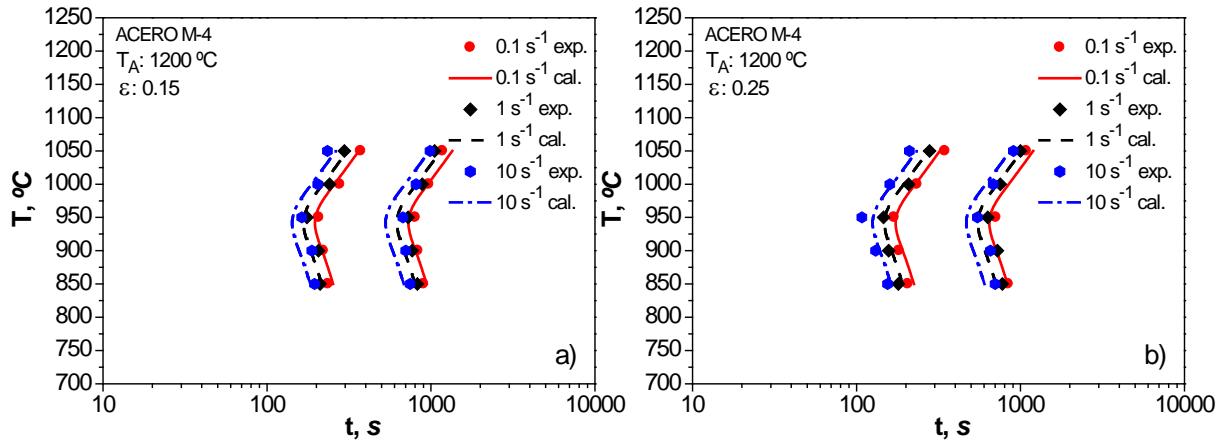


Figura 4.30: Comparación entre las curvas de precipitación calculadas con los resultados experimentales.

#### 4.4 Diagramas Recristalización – Precipitación – Temperatura – Tiempo teóricos.

Por la importancia que presenta la interacción entre los fenómenos de ablandamiento y precipitación inducida por la deformación, se han desarrollado en los acápites anteriores modelos basados en parámetros físicos capaces de predecir el comportamiento que tiene lugar tras la deformación en caliente del acero microaleado con Nb–V. Se ha demostrado que estos modelos son capaces de describir de forma aproximada las cinéticas de ablandamiento y de precipitación, pudiendo analizar la interacción simultánea entre ambos procesos.

La forma de analizar de forma conjunta estos dos fenómenos es mediante los diagramas RPTT. Estos se pueden construir con los tiempos calculados para el inicio y fin de la precipitación, al igual que los tiempos de recristalización, permitiendo extrapolar los resultados a situaciones muy cercanas a las industriales. Sin embargo, para completar estos diagramas es necesario determinar la *temperatura crítica de recristalización estática* (SRCT). Medina y col. [217] han establecido que esta temperatura depende de las variables que afectan la evolución microestructural en la deformación en caliente (i.e. tamaño de grano inicial, composición química, deformación y velocidad de deformación). Partiendo de este hecho proponen la ecuación 4.48 que integra la influencia de estas variables.

$$SRCT (K) = T_S - P \cdot \epsilon^{0.3} \cdot \dot{\epsilon}^{0.16} \cdot D^{-0.34} \quad (4.48)$$

donde  $T_S$  es la temperatura de solubilidad del precipitado que se forme en  $K$ ,  $P$  el parámetro dependiente de la composición de los elementos microaleantes,  $\epsilon$  la deformación,  $\dot{\epsilon}$  velocidad de deformación y  $D$  el tamaño de grano de austenita.

Es posible observar que esta relación se restringe al cálculo de la temperatura SRCT en aceros microaleados al V, Nb, V–Ti y Nb–Ti, presentando ésta dos últimas microaleaciones el Ti precipitado a las temperaturas de recalentamiento. En el caso de aceros microaleados al Nb y V de forma conjunta, la ecuación necesariamente tiene que ser modificada para que reflejen temperaturas próximas a las determinadas experimentalmente.

Es posible observar en la figura 3.31 que para deformaciones pequeñas (i.e. 0.05) la temperatura crítica no presenta grandes diferencias con el incremento de la velocidad de deformación. Sin embargo cuando aumentan los niveles de deformación (i.e. 0.15 y 0.25) la variación entre las temperaturas es más amplio. Comportamiento que se puede relacionar graficando los valores determinados de las temperaturas con los parámetros de deformación. Los ajustes brindaron un valor del exponente de la velocidad de deformación muy pequeño de  $-0.006$  y del exponente de la



deformación igual a  $-0.03$ , lo que demuestra que ambas variables presentan muy baja influencia sobre la temperatura SRCT.

Para ajustar mejor los resultados se establecen dos rangos de deformaciones, el primero empleando la ecuación (4.49) para deformaciones pequeñas y el siguiente a deformaciones superiores (4.50).

$$\text{SRCT } (^{\circ}\text{C}) = 922 \cdot \varepsilon^{-0.03} \cdot \dot{\varepsilon}^{-0.006} \quad \text{para } \varepsilon \leq 0.05 \quad (4.49)$$

$$\text{SRCT } (^{\circ}\text{C}) = 948 \cdot \varepsilon^{-0.03} \cdot \dot{\varepsilon}^{-0.006} \quad \text{para } \varepsilon > 0.05 \quad (4.50)$$

A diferencia de la ecuación 4.48, las ecuaciones 4.49 y 4.50 no tienen en cuenta la temperatura de solubilidad del carbonitrúro complejo, sino que tienen presentes sólo las variables del proceso. Al igual que el parámetro  $P$  determinado en este trabajo no se determina en base a la composición química propuesta por *Medina y col.* [217], sino que se calcula mediante ajustes por el método de los mínimos cuadrados, aunque físicamente depende de la composición química del acero. La influencia de la temperatura crítica con la composición química no ha sido posible estudiarla, puesto sólo se ha evaluado un sólo acero microaleado.

Ejemplo de los diagramas RPTT contruidos con las ecuaciones propuestas se muestran en la figura 4.31, diagramas que permiten estudiar detalladamente la interacción entre la recrystalización y la precipitación. Los tiempos para el 50 % de recrystalización se determinan mediante las ecuaciones recogidas en la tabla 4.9, mientras que los demás tiempos de recrystalización se calculan por medio de la ecuación de Avrami. En cuanto a los tiempos de inicio y final de precipitación se deducen de las ecuaciones 4.43 y 4.46 respectivamente. Se observa que estos diagramas contruidos muestran semejanza con los determinados experimentalmente, por lo que será posible predecir el comportamiento del acero en otras condiciones a las estudiadas.

Este procedimiento brindado para determinar los diagramas RPTT es una alternativa del propuesto por *Medina y col.* [217], con la particularidad de que se emplean las curvas de relajación de tensiones para describir las cinéticas de recrystalización y de precipitación, y no el método de doble deformación utilizado por varios autores. Este proceder permite estudiar con un ensayo en cada condición la cinética de precipitación y de recrystalización, disminuyendo notablemente las pruebas que son necesarias por el método de doble deformación.

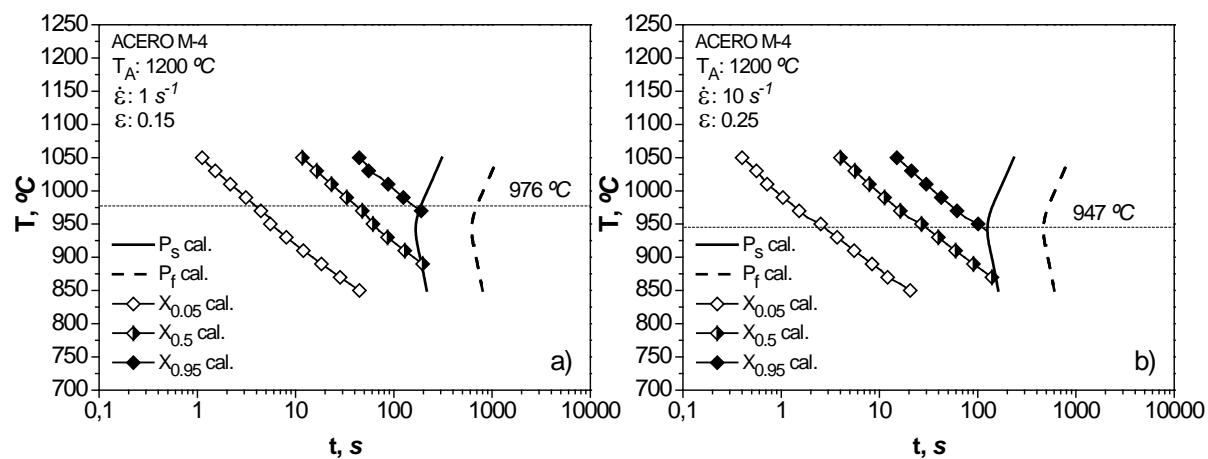


Figura 4.31: Diagramas RPTT teóricos obtenidos mediante las ecuaciones constitutivas.

## CONCLUSIONES

Partiendo del análisis de los resultados obtenidos sobre el comportamiento de los fenómenos analizados, se obtiene como conclusiones más importantes las siguientes:

### Análisis termodinámico y tratamientos de austenización:

- 1) Los cálculos termodinámicos reflejan la formación de precipitados complejos  $(\text{Nb}_x\text{V}_{1-x})(\text{C}_y\text{N}_{1-y})$ . A altas temperaturas el carbonitruro complejo estará enriquecido con Nb y a medida que descende la temperatura el V pasa a ser el elemento que prime en la composición de estas partículas, mientras que el AlN para los dos aceros proporcionará un efecto casi despreciable durante los posteriores tratamientos térmicos y termomecánicos.
- 2) Las adiciones de Nb y V permite obtener un grano más fino durante los tratamientos térmicos en el acero microaleado que en el acero base a temperaturas de recalentamiento relativamente altas por la influencia de los precipitados complejos que no se disuelven hasta elevadas temperaturas.

### Recristalización dinámica:

- 1) La adición de los elementos Nb–V en solución sólida incrementa la deformación de pico y llega a retrasar la recristalización dinámica por el efecto arrastre de soluto, aumentando circunstancialmente esta diferencia cuando los elementos precipitan.
- 2) La relación o ratio  $\epsilon_0/\epsilon_p$  en ambos aceros presenta como valor promedio 0.60, no obstante cuando interviene la precipitación dinámica en el acero microaleado ésta disminuye hasta 0.57.
- 3) Se alcanza un menor tamaño de grano recristalizado dinámicamente en el acero microaleado que en el base bajo la influencia del arrastre de soluto y de los precipitados.
- 4) Se ha verificado que en el acero microaleado para las temperaturas estudiadas la precipitación dinámica no presenta un incremento significativo sobre la tensión de fluencia y que sólo influye sobre el retraso de la recristalización dinámica.
- 5) Las ecuaciones constitutivas establecidas en este trabajo a partir de las ecuaciones clásicas y las modificadas por Cabrera y col. predicen razonablemente las curvas de fluencia en caliente de ambos aceros, bajo la presencia del arrastre de soluto y/o precipitado.

### Recristalización estática y/o metadinámica

- 1) Se comprobó que el método de relajación de tensiones es una técnica que permite estudiar la cinética de recristalización estática y/o metadinámica en aceros microaleados y no aleados, permitiendo reducir sensiblemente el número de ensayos en comparación con otras técnicas mecánicas.
- 2) Los elementos Nb–V en solución sólida ralentizan significativamente el inicio de la recristalización estática, afectando por ende el proceso de nucleación. Sin embargo estos no presenta una influencia significativa sobre el crecimiento de granos hasta que el fenómeno de precipitación inducida por la deformación interviene.
- 3) El incremento en las magnitudes de la deformación y velocidad de deformación intervienen directamente sobre el proceso de recristalización estática en ambos materiales. Sin embargo en el acero microaleado el predominio de estos parámetros es inferior bajo el efecto arrastre de soluto, con una menor influencia cuando las temperaturas de deformación son inferiores a los 950 °C.
- 4) La energía de activación para la recristalización estática en el acero microaleado bajo el predominio de los elementos Nb–V en solución se incrementa hasta un 20 % como promedio en relación a la alcanzada en el acero base, siendo mayor bajo deformaciones y velocidades de deformación superiores.
- 5) Bajo el mecanismo mixto recristalización estática – metadinámica se observó que en los dos aceros se produce una velocidad de nucleación y de crecimiento superior que para la recristalización estática.
- 6) El mecanismo de ablandamiento recristalización estática – metadinámica presenta una baja dependencia con la velocidad de deformación cuando se compara con una recristalización metadinámica, pero superior a cuando interviene la recristalización estática.
- 7) Los modelos obtenidos para la recristalización estática y/o metadinámica logran predecir el comportamiento de los aceros en estudio bajo el efecto de arrastre de soluto, existiendo ciertas discrepancias cuando interviene la precipitación inducida por la deformación en el acero microaleado.
- 8) Cuando se trabaja en el acero microaleado a temperaturas inferiores a los 950 °C existe una alta posibilidad de obtener granos altamente deformados y no recristalizados, por la influencia de los precipitados.

## CONCLUSIONES

### Precipitación inducida por la deformación:

- 1) El método de relajación de tensiones es una eficiente técnica que permite el estudio de la cinética de precipitación de un acero con varios elementos microaleantes, el cual se validó con tratamientos interrumpidos y analizando las micrografías mediante FESEM.
- 2) Los tiempos de inicio y final de precipitación se corresponden con los obtenidos mediante el análisis de las fracciones recrystalizadas en las mesetas de precipitación, permitiendo una buena aproximación en la construcción de los diagramas PTT y RTT.
- 3) La temperatura de la nariz de las curvas PTT se corresponde a los 950 °C independientemente de la deformación y velocidad de deformación aplicados.
- 4) El incremento de la deformación y de la velocidad de deformación acelera la cinética de precipitación del acero al Nb–V, como también permite acortar el tiempo de precipitación.
- 5) La influencia de la deformación y velocidad de deformación sobre el comienzo de la precipitación en el acero estudiado es muy pequeña en comparación a los aceros microaleados con un sólo elemento.
- 6) El modelo propuesto que incluye la formación de carbonitruros complejos logra predecir con buena aproximación el comienzo y final de la precipitación inducida por la deformación, si éste se compara con los modelos establecidos por otros autores.
- 7) El comienzo de la precipitación dinámica es mayor en varios órdenes de magnitud a la precipitación inducida por la deformación, aunque se establezcan deformaciones próximas a la deformación de pico.

### Diagramas RPTT:

- 1) Con los datos obtenidos empleando los ensayos de relajación de tensiones se pueden construir los diagramas RPTT con buena exactitud y un número de ensayos reducido, siendo esta variante una alternativa para este tipo de análisis, sin menospreciar cualquier otro método. Diagramas que permitirán conocer al detalle la interacción recrystalización estática y/o metadinámica con la precipitación inducida por la deformación.
- 2) Las temperaturas críticas de recrystalización estática SRCT disminuye con el incremento de la velocidad de deformación y la deformación, presentando poca influencia cuando las deformaciones son pequeñas.
- 3) Con las ecuaciones propuestas para los ablandamientos estáticos y la precipitación inducida por la deformación se construye con buena aproximación los diagramas RPTT teóricos.



## RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

- 1) Se recomienda realizar un estudio enfocado al fenómeno de la transformación inducida por la deformación en ambos aceros, fenómeno que posibilita obtener granos de ferrita altamente refinados durante el proceso de transformación. Analizando parámetros como la temperatura de deformación, deformación, velocidad de deformación y velocidad de enfriamiento.
- 2) Emplear la ecuaciones establecidas en este trabajo para poder optimizar las condiciones de conformado en caliente con vista a obtener después del proceso una microestructura ultrafina que permita incrementar las propiedades mecánicas en los aceros.
- 3) Realizar un estudio mediante Microscopía Electrónica de Transmisión para determinar la composición química y distribución de los precipitados presentes durante la recristalización estática y dinámica, correlacionando su influencia en estos fenómenos.





## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Kumar KS, Van Swygenhoven H and Suresh S. *Mechanical behaviour of nanocrystalline metals and alloys*. Acta Materialia. 2003; 51: pp 5743–5774.
- [2] Rodríguez-Baracaldo R. *Obtención y caracterización de aceros con grano nanométrico y ultrafino fabricados mediante molienda mecánica*. Tesis para optar grado de doctor. Universidad Politécnica de Cataluña. 2008.
- [3] Haduch Z. *Aceros de construcción de propiedades especiales*. VIII Congreso Iberoamericano de Ingeniería Mecánica. CIBIM8. 2007. ISBN 978-9972-2885-3-1. pp 752–763.
- [4] Meyers MA, Mishra A and Benson DJ. *Mechanical properties of nanocrystalline materials*. Progress in Materials Science. 2006; 51: pp 427–556.
- [5] Todaka Y, Umemoto M, Watanabe Y, Yamazaki A, Wang Ch and Tsuchiya K. *Formation of surface nanocrystalline structure in steels by shot peening and role of strain gradient on grain refinement by deformation*. ISIJ International. 2007; 47: pp 157–162.
- [6] Narayana SVS, Torizuka S, Nagai K, Kitai T and Kogo Y. *Effects of strain on grain boundary characteristics and their correlation to mechanical properties in low carbon steel processed by warm multipass calibre rolling*. Materials Science and Technology. 2008; 24(10): pp 1167–1173.
- [7] Humphreys FJ, Prangnell PB and Priestner R. *Fine – grained alloys by thermomechanical processing*. Current Opinion in Solid State and Materials Science. 2001; 5: pp 15–21.
- [8] Valiev RZ and Langdon TG. *Principles of equal – channel angular pressing as a processing tool for grain refinement*. Progress in Materials Science. 2006; 51: pp 881–981.
- [9] Song R, Ponge D, Raabe D, Speer JG and Matlock DK. *Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels*. Materials Science and Engineering A. 2006; 441: pp 1–17.
- [10] Belyakov A, Tsuzaki K, Miura H and Sakai T. *Effect of initial microstructures on grain refinement in a stainless steel by large strain deformation*. Acta Materialia. 2003; 51: pp 847–861.
- [11] Maalekian M, Lendinez ML, Kozeschnik E, Brantner HP and Cerjak H. *Effect of hot deformation of austenite on the transformation characteristic of eutectoid carbon steel under fast heating*. Materials Science and Engineering A. 2007; 454–455: pp 446–452.
- [12] Nagai K. *Ultrafine grained ferrite steel with dispersed cementite particles*. Journal of Materials Processing Technology. 2001; 117: pp 329–332.
- [13] Etou M, Fukushima S, Sasaki T, Haraguchi Y, Miyata K, Wakita M, Tomida T, Imai N, Yoshida M and Okada Y. *Super short interval multi-pass rolling process for ultrafine-grained hot strip*. ISIJ International. 2008; 48 (8): pp 1142–1147.
- [14] Teoh LL. *Thermo – mechanical processing and microstructure of microalloyed steel bar and wire rod products*. Journal of Materials Processing Technology. 1995; 48: pp 475–481.

- [15] Siciliano F and Jonas JJ. *Mathematical modeling of the hot strip rolling of microalloyed Nb, multiply – alloyed Cr – Mo, and plain C – Mn steels*. Metallurgical and Materials Transactions A. 2000; 31A: pp 511–529.
- [16] Mabuchi H, Hasegawa T and Ishikawa T. *Metallurgical features of steel plates with ultra fine grains in surface layers and their formation mechanism*. ISIJ International. 1999; 39: pp 477–485.
- [17] Yang ZM and Wang RZ. *Formation of ultra – fine grain structure of plain low carbon steel through deformation induced ferrite transformation*. ISIJ International. 2003; 43: pp 761– 766.
- [18] Ferreira JL, Melo TM, Bott IS, Santos DB and Rios PR. *Influence of thermomechanical parameters on the competition between dynamic recrystallization and dynamic strain induced transformation in C – Mn and C – Mn – Nb steels deformed by hot torsion*. ISIJ International. 2007; 47(11): pp 1638–1646.
- [19] Hodgson PD, Shokouhi A and Beladi H. *A descriptive model for the formation of ultrafine grained steels*. ISIJ International. 2008; 48 (8): pp 1046–1049.
- [20] Beladi H, Kelly GL, Shokouhi A and Hodgson PD. *The evolution of ultrafine ferrite formation through dynamic strain induced transformation*. Materials Science and Engineering A. 2004; 371: pp 343–352.
- [21] Beladi H, Kelly GL, Shokouhi A and Hodgson PD. *Effect of thermomechanical parameters on the critical strain for ultrafine ferrite formation through hot torsion testing*. Materials Science and Engineering A. 2004; 367: pp 152–161.
- [22] Eghbali B and Abdollah-Zadeh A. *The influence of thermomechanical parameters in ferrite grain refinement in a low carbon Nb – microalloyed steel*. Scripta Materialia. 2005; 53: pp 41–45.
- [23] Shokouhi A and Hodgson PD. *Effect of transformation mechanism (static or dynamic) on final ferrite grain size*. Materials Science and Technology. 2009; 25(1): pp 29–34.
- [24] Sun X, Luo H, Dong H, Liu Q and Weng Y. *Microstructural evolution and kinetics for post-dynamic transformation in a plain low carbon steel*. ISIJ International. 2008; 48 (7): pp 994–1000.
- [25] Zheng Ch, Li D, Lu Sh and Li Y. *On the ferrite refinement during the dynamic strain – induced transformation: A cellular automation modeling*. Scripta Materialia. 2008; 58: pp 838–841.
- [26] Matsumura Y and Yada H. *Evolution of ultrafine – grained ferrite in hot successive deformation*. Transactions ISIJ. 1987; 27: pp 492–498.
- [27] Hodgson PD, Hickson MR and Gibbs RK. *Ultrafine ferrite in low carbon steel*. Scripta Materialia. 1999; 40: pp 1179–1184.
- [28] Choi JK, Seo DH, Lee JS, UM KK and Choo WY. *Formation of ultrafine ferrite by strain – induced dynamic transformation in plain low carbon steel*. ISIJ International. 2003; 43: pp 746–754.

- [29] Hickson MR, Hurley PJ, Gibbs RK, Kelly GL and Hodgson PD. *The production of ultrafine ferrite in low – carbon steel by strain – induced transformation*. Metallurgical and Materials Transactions A. 2002; 33A: pp 1019–1026.
- [30] Hong SCh, Lim SH, Lee KJ, Shin DH and Lee KS. *Effect of undercooling of austenite on strain induced ferrite transformation behavior*. ISIJ International. 2003; 43: pp 394–399.
- [31] Dong H and Sun X. *Deformation induced ferrite transformation in low carbon steels*. Materials Science. 2005; 9: pp 269–276.
- [32] Basuki A and Aernoudt E. *Effect of deformation in the intercritical area on the grain refinement of retained austenite of 0.4 C trip steel*. Scripta Materialia. 1999; 40: pp 1003–1008.
- [33] Brzuszek RK, Rodrigues PCM, Motta LS and Santos DB. *Microstructural evolution of ultra fine grained C – Mn steel warm rolling and intercritical annealed*. Materials Research. 2002; 5 (3): pp 343–348.
- [34] Najafi-Zadeh A, Jonas JJ and Yue S. *Grain refinement by dynamic recrystallization during the simulated warm – rolling of interstitial free steels*. Metallurgical Transactions A. 1992; 23(9): pp 2607–2017.
- [35] Tsuji N, Matsubara Y and Saito Y. *Dynamic recrystallization of ferrite in interstitial free steel*. Scripta Materialia. 1997; 37(4): pp 477–484.
- [36] Murty SVS, Torizuka S, Nagai K, Kitai T and Kogo Y. *Dynamic recrystallization of ferrite during warm deformation of ultrafine grained ultra – low carbon steel*. Scripta Materialia. 2005; 53: pp 763–768.
- [37] Song R, Ponge D, Raabe D and Kaspar R. *Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C – Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing*. Acta Materialia. 2005; 53: pp 845–858.
- [38] Song R, Ponge D and Raabe D. *Improvement of the work hardening rate of ultrafine grained steels through second phase particles*. Scripta Materialia. 2005; 52: pp 1075–1080.
- [39] Song R, Ponge D and Raabe D. *Mechanical properties of an ultrafine grained C – Mn steel processed by warm deformation and annealing*. Acta Materialia. 2005; 53: pp 4881–4892.
- [40] Song R, Ponge D and Raabe D. *Influence of Mn content on the microstructure and mechanical properties of ultrafine grained C – Mn steels*. ISIJ International. 2005; 45: pp 1721–1726.
- [41] Ueji R, Tsuji N, Minamino Y and Koizumi Y. *Ultragrain refinement of plain low carbon steel by cold – rolling and annealing of martensite*. Acta Materialia. 2002; 50: pp 4177–4189.
- [42] Tsuji N, Ueji R, Minamino Y and Saito Y. *A new and simple process to obtain nano – structured bulk low – carbon steel with superior mechanical property*. Scripta Materialia. 2002; 46: pp 305–310.
- [43] Ueji R, Tsuji N, Minamino Y and Koizumi Y. *Effect of rolling reduction on ultrafine grained structure and mechanical properties of low – carbon steel thermomechanically processed*

- from martensite starting structure. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2004; 5: pp 153–162.
- [44] Lan HF, Liu WJ and Liu XH. *Ultrafine ferrite grains produced by tempering cold – rolled martensite in low carbon and microalloyed steels*. *ISIJ International*. 2007; 47 (11): pp 1652–1657.
- [45] Okitsu Y, Takata N and Tsuji N. *Mechanical properties of ultrafine grained ferritic steel sheets fabricated by rolling and annealing of duplex microstructure*. *Journal Material Science*. 2008; 43: pp 7391–7396.
- [46] Azizi-Alizamini H, Militzer M and Poole WJ. *A novel technique for developing bimodal grain size distributions in low carbon steels*. *Scripta Materialia*. 2007; 57: pp 1065–1068.
- [47] Weng Y. *Ultra – fine grained steels*. Metallurgical Industry Press, Beijing and Springer-Verlag GmbH Berlin Heidelberg. 2009. ISBN: 978–7–5024–4415–0.
- [48] Dieter GE, Kuhn HA and Semiatin SL. *Handbook of workability and process desing*. ASM International. 2003. ISBN: 0–87170–778–0: pp 148.
- [49] Mirzakhani B, Salehi MT, Khoddam Sh, Seyedein SH and Aboutalebi MR. *Investigation of dynamic and static recrystallization behavior during thermomechanical processing in a API – X70 microalloyed steel*. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2009; 18(8): pp 1029–1034.
- [50] Doherty RD, Hughes DA, Humphreys FJ, Jonas JJ, et al. *Current issues in recrystallization: a review*. *Materials Science and Engineering A*. 1997; 238: pp 219–274.
- [51] Humphreys FJ and Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2004. Second edition. Elsevier Ltd. Oxford. UK.
- [52] Gladman T and Pickering FB. *Grain coarsening of austenite*. *Journal Iron Steel Institute*. 1967; 205: pp 653–664.
- [53] Medina SF and Quispe A. *Improved model for static recrystallization kinetics of hot deformed austenite in low alloy and Nb/V microalloyed steels*. *ISIJ International*. 2001; 41(7): pp 774–781.
- [54] Rios PR, Siciliano F, Zschommler HR, Lesley R and Fernando A. *Nucleation and growth during recrystallization*. *Materials Research*. 2005; 8: pp 225–238.
- [55] Li JCM. *Possibility of subgrain rotation during recrystallization*. *Journal of Applied Physics*. 1962; 33(10): pp 2958–2965.
- [56] Elwazri AM, Wanjara P and Yue S. *Metadynamic and static recrystallization of hypereutectoid steel*. *ISIJ international*. 2003; 43(7): pp 1080–1088.
- [57] García-Mateo C, López B and Rodríguez-Ibabe JM. *Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels*. *Materials Science and Engineering A*. 2001; 303: pp 216–225.
- [58] Zhang ZhH, Liu Y, Liang X and She Y. *The effect of Nb on recrystallization behavior of a Nb micro – alloyed steel*. *Materials Science and Engineering A*. 2008; 474: pp 254–260.

- [59] Medina SF, Gómez M and Gómez PP. *Effect of V and Nb on static recrystallization of austenite and precipitate size in microalloyed steels*. Journal Material Science. 2010; 45: pp 5553–5557.
- [60] Yang JH, Liu QY, Sun DB and Li XY. *Recrystallization behaviour of deformed austenite in high strength microalloyed pipeline steel*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2009; 16(1): pp 75–80.
- [61] Hodgson PD, Zahiri SH and Whale JJ. *The static and metadynamic recrystallization behaviour of an X60 Nb microalloyed steel*. ISIJ International. 2004; 44(7): pp 1224–1229.
- [62] Džubinsky M, Husain Z and Haaften WM. *Comparision of recrystallisation kinetics determined by stress relaxation, double hit, optical metallography and EBDS*. Materials Characterization. 2004; 52: pp 93–102.
- [63] Karjalainen LP and Perttula J. *Characteristics of static and metadynamic recrystallization and strain accumulation in hot deformed austenite as revealed by the stress relaxation method*. ISIJ International. 1996; 36(6): pp 729–736.
- [64] Beladi H and Hodgson PD. *Effect of carbon on the hot deformation behavior in Nb – steels*. Materials Forum. 2007; 31: pp 11–15.
- [65] Humphreys FJ and Hatherly M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Pergamon press Oxford.1996.
- [66] Poliak EI and Jonas JJ. *A one – parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization*. Acta Materialia.1996; 44(1): pp 127–136.
- [67] Poliak EI and Jonas JJ. *Initiation of dynamic recrystallization in constant strain rate hot deformation*. ISIJ International. 2003; 43: pp 684–691.
- [68] Ponge D and Gottstein G. *Necklace formation during dynamic recrystallization: mechanisms and impact a flow behaviour*. Acta Materialia. 1998; 46(1): pp 69–80.
- [69] Roucoules C, Hogson PD, Yue S and Jonas JJ. *Softening and microstructural change following the dynamic recrystallization of austenite*. Metallurgical Transactions A. 1994; 25(2): pp 389–400.
- [70] Roberts W, Boden H and Ahlblom B. *Dynamic recrystallization kinetics*. Metal Science. 1979; 13(3–4): pp 195–205.
- [71] Cabrera JM, Ponce J and Prado JM. *Modeling thermomechanical processing of austenite*. Journal of Material Processing Technology. 2003; 143–144: pp 403–409.
- [72] Jonas JJ, Quelennec X, Jiang L and Martin É. *The avrami kinetics of dynamic recrystallization*. Acta Materialia. 2009; 57: pp 2748–2756.
- [73] Sakai T and Jonas JJ. *Dynamic recrystallization: Mechanical and microstructural considerations*. Acta Metallurgica.1984; 32(2): pp 189–209.
- [74] Pereloma EV, Crawford BR and Hodgson PD. *Strain – induced precipitation behaviour in hot rolled strip steel*. Materials Science and Engineering A. 2001; 299: pp 27–37.
- [75] Mittra J, Kulkarni UD and Dey GK. *Hardness based model for determining the kinetics of precipitation*. Materials Science and Engineering A, 2009, 500: pp 244–247.

- [76] Wang R, Garcia CI, Hua M, Cho K, Zhang and Deardo AJ. *Microstructure and precipitation behaviour of Nb, Ti complex microalloyed steel produced by compact strip processing*. ISIJ International. 2006; 46(9): pp 1345–1353.
- [77] Hansen SS, Vander JB and Cohen M. *Niobium carbonitride precipitation and austenite recrystallization in hot – rolled microalloyed steels*. Metallurgical Transactions A. 1980; 11: pp 387–396.
- [78] Hong SG, Kang KB and Park CG. *Strain – induced precipitation of NbC in Nb and Nb – Ti microalloyed HSLA steels*. Scripta Materialia. 2002; 46: 163–168.
- [79] Park JS, Ha YS and Lee YK. *Comparison of experimental methods to measure the isothermal precipitation kinetics of Nb(C, N) in austenite of a Nb – microalloyed steel*. Metallurgical and Materials Transactions A. 2009; 40: pp 1515–1519.
- [80] Liu WJ and Jonas JJ. *A stress relaxation method for following carbonitride precipitation in austenite at hot working temperature*. Metallurgical Transactions A. 1988; 19A: pp 1403–1413.
- [81] Liu WJ and Jonas JJ. *Nucleation kinetics of Ti carbonitride in microalloyed austenite*. Metallurgical Transactions A. 1989; 20A: pp 689–697.
- [82] Pandit A, Murugaiyan A, Podder AS, Haldar A, Bhattacharjee D, Chandra S and Ray RK. *Strain induced precipitation of complex carbonitrides in Nb – V and Ti – V microalloyed steels*. Scripta Materialia. 2005; 53: pp 1309–1314.
- [83] Djahazi M, He XL, Jonas JJ and Sun WP. *Influence of boron on nature and distribution of strain induced precipitates in (Ti, Nb) high strength low alloy steels*. Materials Science and Technology. 1992; 8: pp 628–635.
- [84] Djahazi M, He XL, Jonas JJ and Sun WP. *Nb(C, N) Precipitation and Austenite recrystallization in Boron – containing high – strength low – alloy steels*. Metallurgical Transactions A. 1992; 23A: pp 2111–2120.
- [85] Militzer M, Hawbolt EB and Meadowcroft TR. *Microstructural model for hot strip rolling of high – strength low – alloy steels*. Metallurgical and Materials Transactions A. 2000; 31: pp 1247–1259.
- [86] Park SH, Yue S and Jonas JJ. *Continuous – cooling – precipitation kinetics of Nb(CN) in high – strength low – alloy steels*. Metallurgical Transaction A. 1992; 23: pp 1641–1651.
- [87] Fang F and Yong QL. *A model for precipitation kinetics in vanadium microalloyed steel*. Journal of Iron and Steel Research International. 2010; 17(2): pp 36–42.
- [88] Dutta B and Sellars CM. *Effect of composition and process variables on Nb(C, N) precipitation in niobium microalloyed austenite*. Materials Science Technologic. 1987; 3: pp 381–389.
- [89] Cabrera JM. *Caracterización mecánico – metalúrgica de la conformación en caliente del acero de medio carbono 38MnSiV5S5*. Tesis para optar grado de doctor. Universidad Politécnica de Cataluña. 1995.

- [90] Santos JMR. *Interação entre a recristalização e a precipitação induzida por deformação de um aço microligado ao Nióbio e um açomicroligado ao Vanádio*. Tesis de Doctorado. Universidad Federal de São Carlos.1998.
- [91] Akben MG, Weiss I and Jonas JJ. *Dynamic precipitation and solute hardening in a V microalloyed steel and two Nb steels containing high levels of Mn*. Acta Metallurgica.1981; 29: pp 111–121.
- [92] Akben MG, Chandra T, Plassiard P and Jonas JJ. *Dynamic precipitation and solute hardening in a titanium microalloyed steel containing three levels of manganese*. Acta Metallurgica. 1984; 32(4): pp 591–601.
- [93] Weiss I and Jonas JJ. *Interaction between recrystallization and precipitation during the high temperature deformation of a HSLA steels*. Metallurgical Transactions A. 1979; 10A: pp 831–840.
- [94] Militzer M, Pandi R and Hawbolt EB. *Ferrite nucleation and growth during continuous cooling*. Metallurgical and Materials Transactions A. 1996; 27(6): pp 1547–1556.
- [95] Militzer M, Hawbolt EB and Meadowcroft TR. *Phase transformation during the thermomechanical processing of steel*. Ed Hawbolt EB and Yue S. The Metallurgical Society of CIM. Montreal. PQ.1995. pp 445.
- [96] Wu D, Li Zh and Lü H. *Effect of controlled cooling after hot rolling on mechanical properties of hot rolled TRIP steel*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2008; 15 (2): pp 65–70.
- [97] Rios PR, Bott IS, Santos DB, Melo TM and Ferreira JL. *Effect of Nb on dynamic strain induced austenite to ferrite transformation*. Materials Science and Technology. 2007; 23(4): pp 417–422.
- [98] Patel J, Klinkenberg Ch and Hulka K. *Hot rolled HSLA STRIP steels for automotive and construction applications*. NIOBIUM Products Company GmbH Strein Str. 28. Düsseldorf 40210. Germany. 2010.
- [99] Mukherjee K, Hazra SS and Militzer M. *Grain refinement in dual – phase steels*. Metallurgical and Materials Transactions A. 2009; 40: pp 2145–2159.
- [100] Petkov P. *Austenite decomposition of low carbon high strength steels during continuous cooling*. Thesis Master of Materials Engineering. The University of British Columbia. 2004.
- [101] Priestner R and Ibraheem AK. *Processing of steel for ultrafine ferrite grain structures*. Materials Science and Technology. 2000; 16: pp 1267–1272.
- [102] Hurley PJ and Hodgson PD. *Formation of ultra – fine ferrite in hot rolled strip: potential mechanisms for grain refinement*. Materials Science and Engineering A. 2001; 302: pp 206–214.
- [103] Hurley PJ, Hodgson PD and Muddle BC. *Analysis and characterisation of ultra – fine ferrite produced during a new steel strip rolling process*. Scripta Materialia. 1999; 40: pp 433–438.
- [104] Hickson MR, Gibbs RK and Hodgson PD. *The effect of chemistry on the formation of ultrafine ferrite in steel*. ISIJ International. 1999; 39 (11): pp1176–1180.

- [105] Hurley PJ, Kelly GL and Hodgson PD. *Ultrafine ferrite formation during hot strip rolling*. Materials Science and Technology. 2000; 16: pp 1273–1276.
- [106] Hong SCh and Lee KS. *Influence of deformation induced ferrite transformation on grain refinement of dual phase steel*. Materials Science and Engineering A. 2002; 323: pp 148–159.
- [107] Bodin A, Sietsma J and Zwaag S. V. *On the nature of the bimodal grain size distribution after intercritical deformation of a carbon – manganese steel*. Materials Characterization. 2001; 47: pp 187–193.
- [108] Liu MY, Shi B, Wang C, Ji SK, Cai X and Song HW. *Normal Hall – Petch behavior of mild steel with submicron grains*. Material Letters. 2003; 57: pp 2798–2802.
- [109] Morrison WB. *The effect of grain size on the stress strain relationship in low carbon steel*. Transactions of the ASM. 1966; 59: pp 824–829.
- [110] Liu M, Shi B, Bi G, Cao H, Cai X and Song H. *A submicron mild steel produced by simple warm deformation*. Materials Science and Engineering A. 2003; 360: pp 101–106.
- [111] Howe AA. *Ultrafine grained steels: industrial prospects*. Materials Science and Technology. 2000; 16: pp 1264–1266.
- [112] Park KT, Kim YS, Lee JG and Shin DH. *Thermal stability and mechanical properties of ultrafine grained low carbon steel*. Materials Science and Engineering A. 2000; 293: pp 165–172.
- [113] Tsuji N, Okuno S, Koizumi Y and Minamino Y. *Toughness of ultrafine grained ferritic steels fabricated by ARB and annealing process*. Materials Transactions. 2004; 45 (7): pp 2272–2281.
- [114] Hanamura T, Yin F and Nagai K. *Ductile – brittle transition temperature of ultrafine ferrite/cementite microstructure in a low carbon steel controlled by effective grain size*. ISIJ International. 2004; 44(3): pp 610–617.
- [115] ASTM E209 – 65. *Standard practice for compression tests of metallic materials at elevated temperature with conventional or rapid heating rates and strain rates*. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 3.01. American Society for Testing and Materials. Philadelphia, PA. 2007: pp 1–9.
- [116] ASTM E112. *Standard test methods for determining average grain size*. Annual Book of ASTM Standards. Vol. 3.01. American Society for Testing and Materials. Philadelphia, PA. 2007: pp 229–251.
- [117] Turkdogan ET. *Causes and effects of nitride and carbonitride precipitation during continuous casting*. Iron and Steelmaker. 1989; 3: pp 60–70.
- [118] Ouchi C, Sampei T and Kozasu I. *The effect of hot rolling condition and chemical composition on the onset temperature of transformation after hot rolling*. Transactions ISIJ. 1984; 22: pp 214–322.



- [119] Li Y, Wilson JA, Crowther DN, Mitchel PS, Craven AJ and Baker TN. *The effects of vanadium, niobium, titanium and zirconium on the microstructure and mechanical properties of thin slab cast steels*. ISIJ International. 2004; 44: pp 1093–1102.
- [120] Shanmugam S, Tanniru M, Misra RDK, Panda D and Jansto S. *Microalloyed V – Nb – Ti and V steels Part 2 – Precipitation behaviour during processing of structural beams*. Materials Science and Technology. 2005; 21(2): pp 165–177.
- [121] Shanmugam S, Tanniru M, Misra RDK, Panda D and Jansto S. *Precipitation in V bearing microalloyed steel containing low concentrations of Ti and Nb*. Materials Science and Technology. 2005; 21(8): pp 883–892.
- [122] Reip CP, Shanmugam S and Misra RDK. *High strength microalloyed CMn(V–Nb–Ti) and CMn(V–Nb) pipeline steels processed through CSP thin-slab technology: microstructure, precipitation and mechanical properties*. Materials Science and Engineering A. 2006; 424: pp 307–317.
- [123] San Matín D, Caballero FG, Capdevila C y García-de-Andrés C. *Estudio y modelización de la influencia de las partículas de segunda fase sobre el crecimiento de grano austenítico en un acero microaleado con niobio*. Revista de Metalurgia. 2006; 42 (2): pp 128–137.
- [124] Coladas R, Masounave J, Guérin G and Bailon JP. *Austenite grain growth in medium and high – carbon steels microalloyed with niobium*. Metal Science. 1977; 11(11): pp 509–516.
- [125] Cuddy LJ and Raley JC. *Austenite grain coarsening in microalloyed steels*. Metallurgical Transaction A. 1983; 14: pp 1983–1989.
- [126] Peñalba F, García-de-Andrés C, Carsi M and Zapirain F. *Austenitic grain size evolution and continuous cooling transformation diagrams in vanadium and titanium microalloyed steels*. Journal of Material Science. 1996; 31: pp 3847–3852.
- [127] Beladi H, Kelly G and Hodgson PD. *The effect of multiple deformations on the formation of ultrafine grained steels*. Metallurgical and Materials Transactions A. 2007; 38: pp 450–463.
- [128] Al Omar A, Chenaoui A, Dkiouak R, Cabrera JM y Prado JM. *Aproximación al control de la microestructura de dos aceros microaleados con contenido medio de carbono en condiciones de conformado en caliente*. Revista de Metalurgia. 2006; 42 (2): pp 103–113.
- [129] Elwazri AM, Wanjara P and Yue S. *Dynamic recrystallization of austenite in microalloyed high carbon steels*. Materials Science and Engineering A. 2003; 339: pp 209–215.
- [130] Ueki M, Horie Sh and Nakamura T. *High temperature deformation and thermomechanical treatment of low carbon steel and vanadium – niobium microalloyed steel*. Transactions ISIJ. 1987; 27: pp 453–459.
- [131] Sun W, Lu Ch, Tieu AK and Jiang Zh. *Influence of Nb, V and Ti on peak strain of deformed austenite in Mo – based micro – alloyed steels*. Journal of Materials Processing Technology. 2002; 125–126: pp 72–76.
- [132] Maccagno TM, Jonas JJ, Yue S, McCrady BJ, Slobodian R and Deeks D. *Determination of recrystallization stop temperature from rolling mill logs and comparison with laboratory simulation results*. ISIJ International. 1994; 34(11): pp 917–922.

- [133] Mirzaee M, Keshmiri H, Ebrahimi GR and Momeni A. *Dynamic recrystallization in low carbon low alloy steel 26NiCrMoV 14–5*. Materials Science and Engineering A. 2012; 551: pp 25–31.
- [134] Uranga P, Fernández AI, López B and Rodríguez-Ibabe JM. *Transition between static and metadynamic recrystallization kinetics in coarse Nb microalloyed austenite*. Materials Science A. 2003; 345: pp 319–327.
- [135] Medina SF and Mancilla JE. *Static recrystallization modelling of hot deformed steels containing several alloying elements*. ISIJ International. 1996; 36(8): pp 1070–1076.
- [136] Siwecki T. *Modelling of microstructure evolution during recrystallization controlled rolling*. ISIJ International. 1992; 32(3): pp 368–376.
- [137] Karjalainen LP. HSLASTEELS'95. Third International Conference on HSLA Steels. Ed by Liu G et al. The Chinese Society of Metals. China Science and Technology Press. Beijing. 1995: pp 179–185.
- [138] Elwazri AM, Essadiqi E and Yue S. *The kinetics of static recrystallization in microalloyed hypereutectoid steels*. ISIJ International. 2004; 44(1): pp 162–170.
- [139] Laasraoui A and Jonas JJ. *Prediction of temperature distribution, flow stress and microstructure during the multipass hot rolling of steel plate and strip*. ISIJ International. 1991; 31(1): pp 95–105.
- [140] Arribas M, López B and Rodríguez-Ibabe JM. *Additional grain refinement in recrystallization controlled rolling of Ti – microalloyed steels processed by near – net – shape casting technology*. Materials Science and Engineering A. 2008; 485: pp 383–394.
- [141] Cho SH, Kang KB and Jonas JJ. *The dynamic, static and metadynamic recrystallization kinetics of a Nb – microalloyed steels*. ISIJ International. 2001; 41 (1): pp 63–69.
- [142] Cho SH, Kang KB and Jonas JJ. *Mathematical modeling of the recrystallization kinetics of Nb microalloyed steels*. ISIJ International. 2001; 41 (7): pp 766–773.
- [143] Beynon JH and Sellars M. *Modelling microstructure and its effects during multipass hot rolling*. ISIJ International. 1992; 32(3): pp 359–367.
- [144] Cartaya EA, Cabrera JM and Prado JM. *Precipitation Kinetics on a Nb – V microalloyed steel*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2011; 18 (Suplement 1-1): pp 148–153.
- [145] Cartaya EA, Cabrera JM and Prado JM. *Strain influence on the precipitation kinetics Nb – V microalloyed HSLA steel*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2011; 18 (Suplement 1-1): pp 278–281.
- [146] Vervynckt S, Verbeken K, Thibaux P, Liebeherr M and Houbaert Y. *Austenite recrystallization – precipitation interaction in niobium microalloyed steels*. ISIJ International. 2009; 49(6): pp 911–920.
- [147] Gómez M, Rancel L and Medina SF. *Effect of aluminium and nitrogen on static recrystallization in V – microalloyed steels*. Materials Science and Engineering A. 2009; 506: pp 165–173.

- [148] Gómez M, Rancel L, Fernández BJ and Medina SF. *Evolution of austenite static recrystallization and grain size during hot rolling of a V – microalloyed steel*. Materials Science and Engineering A. 2009; 501: pp 188–196.
- [149] Kim SI, Lee Y, Lee DL and Yoo YCh. *Modeling of AGS and recrystallized fraction of microalloyed medium carbon steel during hot deformation*. Materials Science and Engineering A. 2003; 355: pp 384–393.
- [150] Elwazri AM, Essadiqi E and Yue S. *Kinetics of metadynamic recrystallization in microalloyed Hypereutectoid Steels*. ISIJ International. 2004; 44(4): pp 744–752.
- [151] Lin YC, Chen M–S and Zhong J. *Study of metadynamic recrystallization behaviors in a low alloy steel*. Journal of Materials Processing Technology. 2009; 209: pp 2477–2482.
- [152] Lin YC and Chen M–S. *Study of microstructural evolution during metadynamic recrystallization in a low – alloy steel*. Materials Science and Engineering A. 2009; 501: pp 229–234.
- [153] Cao Y, Xiao F, Qiao G, Huang Ch. *Strain–induced precipitation and softening behaviors of high Nb microalloyed steels*. Materials Science and Engineering A. 2012; 552: pp 502–513.
- [154] Jung JG, Park JS, Kim J and Lee YK. *Carbide precipitation kinetics in austenite of a Nb – Ti – V microalloyed steel*. Materials Science and Engineering A. 2011; 528: pp 5529–5535.
- [155] Akben MG. *Precipitation, recrystallization and solute strengthening in microalloyed steels*. Ph.D. Thesis University of McGill. Montreal. Canada. 1980: pp 126.
- [156] Zhou X, Liu Z, Yuan X, Wu D, Wang G and Liu X. *Modeling of strain – induced precipitation kinetics and evolution of austenite grains in Nb microalloyed steels*. Journal of Iron Steel Research International. 2008; 15(3): pp 65–69.
- [157] Jiang L, Humphreys O and Jonas JJ. *Effect of silicon on the interaction between recrystallization and precipitation in niobium microalloyed steels*. ISIJ International. 2004; 44 (2): pp 381–387.
- [158] Yuan S, Liang G and Zhabg X. *Interaction between elements Nb and Mo during precipitation in microalloyed austenite*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2010; 17(9): pp 60–63.
- [159] Vedani M, Dellasega D and Mannucci A. *Characterization of grain – boundary precipitates after hot – ductility tests of microalloyed steels*. ISIJ International. 2009; 49 (3): pp 446–452.
- [160] Wei Q. *Strain – induced precipitation in ferrite during isothermal aging of Nb microalloyed steel*. Requirements for the degree of Master of engineering. McGill University. Montreal, Canada. 2005.
- [161] Crooks MJ, Garratt–Reed AJ, Vander Sande JB and Owen WS. *Precipitation and recrystallization in some vanadium and vanadium – niobium microalloyed steels*. Metallurgical Transactions A. 1981; 12: pp 1999–2013.
- [162] Jonas JJ and Weiss I. *Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels*. Metals Science. 1979: pp 238–245.

- [163] Erisir E. *Strain induced precipitation in microalloyed steels containing Nb, Ti and V*. 21<sup>st</sup> International Conference on Metallurgy and Materials. Metal 2012. Brno, Czech Republic, EU.
- [164] Gómez M. *Aspectos diferenciales de la evolución microestructural de los aceros microaleados (Nb, V) durante la deformación en caliente en condiciones isotérmicas y de enfriamiento continuo: recristalización estática, precipitación inducida, transformación de fase*. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Madrid. Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas. 2004.
- [165] Cabrera JM, Al Omar A, Jonas JJ and Prado JM. *Modeling the flow behavior of a medium carbon microalloyed steel under hot working conditions*. Metallurgical and Materials Transactions A. 1997; 28: pp 2233–2244.
- [166] Varela–Castro G. *Efecto de los contenidos de C, Mn y Si en el comportamiento a fluencia en caliente de aceros de construcción al carbono*. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Cataluña. 2013.
- [167] Ma L–Q, Liu Zh, Jiao S, Yuan X and Wu D. *Effect of niobium and titanium on dynamic recrystallization behavior of low carbon steels*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2008; 15(3): pp 31–36.
- [168] Kirijata A, Siciliano F, Maccagno TM and Jonas JJ. *Mathematical modeling of mean flow stress during the hot strip rolling of multiply–alloyed medium carbon steels*. ISIJ International. 1998; 38 (2): pp 187–195.
- [169] Fernández AI, Uranga P, López B and Rodríguez–Ibabe JM. *Dynamic recrystallization covering a wide austenite grain size range in Nb and Nb – Ti microalloyed steels*. Materials Science and Engineering A. 2003; 361: pp 367–376.
- [170] Bao S, Zhao G, Yu Ch, Chang Q, Ye Ch and Mao X. *Recrystallization behavior of Nb–microalloyed steel during hot compression*. Applied Mathematical Modelling. 2011; 35: pp 3268–3275.
- [171] López Chipres E. *Estudio del comportamiento de la fluencia en caliente de aceros microaleados al boro*. Tesis para optar grado de doctor. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. 2008.
- [172] Fernández V. *Efecto del contenido de silicio en el comportamiento a fluencia de un acero al carbono*. Proyecto de Fin de Carrera. Universidad Politécnica de Cataluña. 2004.
- [173] Sun W, Lu Ch, Tieu AK and Jiang Zh. *Influence of Nb, V and Ti on peak strain of deformed austenite in Mo – based micro – alloyed steels*. Journal of Materials Processing Technology. 2002; 125–126: pp 72–76.
- [174] Wu H, Du L and Liu X. *Dynamic recrystallization and precipitation behavior of Mn – Cu – V weathering steel*. Journal Materials Science Technologic. 2011; 27(12): pp 1131–1138.
- [175] Escobar F, Cabrera JM and Prado JM. *Effect of carbon content on plastic flow behaviour of plain carbon steels at elevated temperature*. Materials Science and Technology. 2003; 19(8): pp 1137–1147.

- [176] Wang J, Chen J, Zhao Zh and Ruan X. *Dynamic recrystallization behavior of microalloyed forged steel*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2008; 15(3): pp 78–81.
- [177] Estrin Y and Mecking H. *A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one – parameter models*. Acta Metallurgica. 1984; 32(1): pp 57–70.
- [178] Bergström Y. *A dislocation model for the stress – strain behavior of polycrystalline  $\alpha$  – Fe with special emphasis on the variation of the densities of mobile and immobile dislocations*. Material Science and Engineering. 1969–1970; 5: pp 193–200.
- [179] Sellars CM and Tegart WJ. *La relation entre la résistance et la structure dans la deformation a chaud*. Mémoires Scientifiques de la Revue de Metallurgie. 1966; 9(LXIII): pp 731–746.
- [180] Frost HJ and Ashby MF. *Deformation Mechanism maps*. Caps 2 y 7. Ed Pergamon Press, Oxford. 1982.
- [181] Medina SF and Hernández CA. *General expression of the Zener – Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels*. Acta Materialia. 1996; 44(1): pp 137–148.
- [182] Al Omar. *Caracterización dinámica de dos aceros microaleados de medio carbon mediante ensayos de compresión a alta temperatura. Aplicación de mapas de procesado*. Tesis para optar grado de doctor. Universidad Politécnica de Cataluña. 1996.
- [183] El Wahabi M. *Caracterización termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI – 304*. Tesis Doctoral. Universidad Politécnica de Cataluña. 2003.
- [184] Weiss I, Sakai T and Jonas JJ. *Effect of test method on transition from multiple to single peak dynamic recrystallization*. Metal Science. 1984; 18(2): pp 77–84.
- [185] Sah JP, Richardson GJ and Sellars CM. *Grain-size effects during dynamic recrystallization of nickel*. Metal Science. 1974; 8(1): pp 325–331.
- [186] Ryan ND and McQueen HJ. Can. Metallurgical Quart. 1990; 29: pp 147–153.
- [187] Hodgson PD and Gibbs RK. *A mathematical model to predict the mechanical properties of hot rolled C – Mn and microalloyed steels*. ISIJ International. 1992; 32(12): pp 1329–1338.
- [188] Carsí M, López V, Peñalba F and Ruano OA. *The strain rate as a factor influencing the hot forming simulation of medium carbon microalloyed steels*. Materials Science and Engineering A. 1996; 216: pp 155–160.
- [189] Quispe A, Medina SF and Valles P. *Recrystallization – induced precipitation interaction in a medium carbon vanadium microalloyed steel*. ISIJ International. 1997; 37(8): pp 783–788.
- [190] Sellars CM. *Modelling microstructural development during hot rolling*. Materials Science and Technologic. 1990; 6(11): pp 1072–1081.
- [191] Sun WP and Hawbolt EB. *Comparison between static and metadynamic recrystallization and application to the hot rolling of steels*. ISIJ International. 1997; 37(10): pp 1000–1009.
- [192] Medina SF, Mancilla JE and Hernández CA. *Static recrystallization of hot deformed austenite and induced precipitation kinetics in vanadium microalloyed steels*. ISIJ International. 1994; 34(8): pp 689–696.

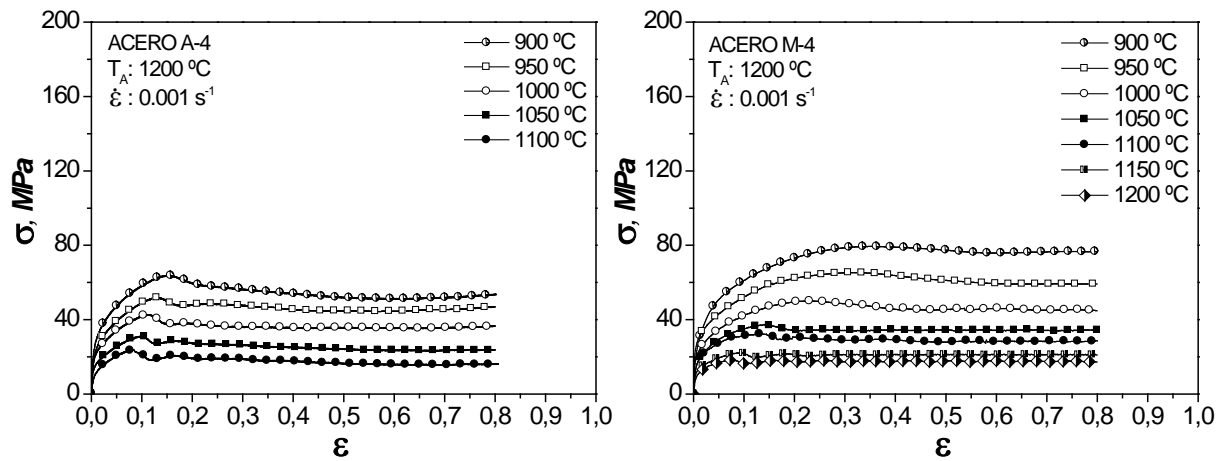
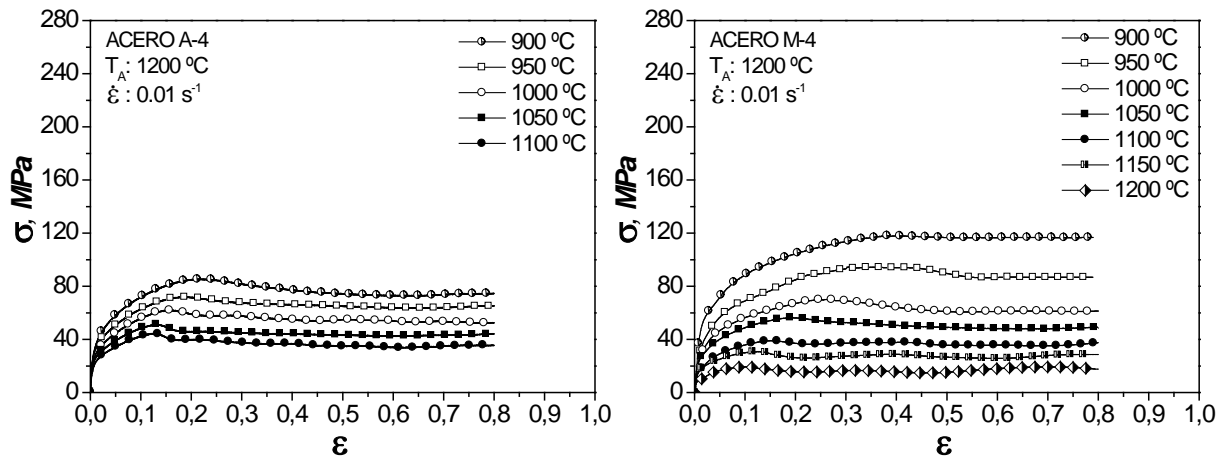
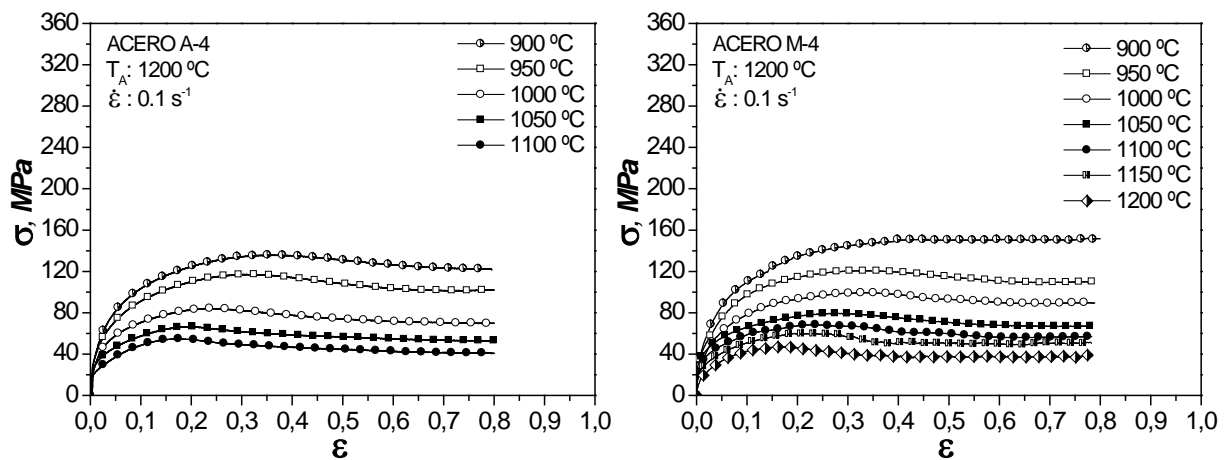
- [193] Abdollah – Zadeh A and Dunne DP. *The effect of niobium on the recovery of deformed austenite*. 37 TH. M. W. S. P. Conf. Proc. Ed. The Iron & Steel Society, Hamilton, Ontario, Canada. 1996: pp 689 – 693.
- [194] García-Mateo C, López B and Rodríguez-Ibabe JM. *Influence of vanadium on static recrystallization in warm worked*. Scripta Material. 2000; 42: pp 137–143.
- [195] Suikkanen PP, Lang VT, Somani MCh, Porter DA and Karjalainen LK. Effect of silicon and aluminium on austenite static recrystallization kinetics in high – strength TRIP – aided steels. ISIJ International. 2012; 52(3): pp 471–476.
- [196] Xie Zh, Gao H, Wang J, Yu Y, Fang Y and Sun B. *Static recrystallization behavior of twin roll cast low – carbon steel strip*. Journal of Iron and Steel Research, International. 2011; 18(2): pp 45–51.
- [197] Nakata N and Militzer M. *Modeling of microstructure evolution during hot rolling of a 780 MPa high strength steel*. ISIJ International. 2005; 45(1): pp 82–90.
- [198] Jung KH, Lee HW and Im YT. *A microstructure evolution model for numerical prediction of austenite grain size distribution*. International Journal of Mechanical Sciences. 2010; 52: pp 1136–1144.
- [199] Bianchi JH and Karjalainen LP. *Modelling of dynamic and metadynamic recrystallisation during bar rolling of a medium carbon spring steel*. Journal of Materials Processing Technology. 2005; 160: pp 267–277.
- [200] Lin YC, Chen M–S and Zhong J. *Constitutive modeling for elevated temperature flow behavior of 42CrMo steel*. Computational Materials Science. 2008; 42: pp 470–477.
- [201] Fernández AI, Uranga P, López B and Rodríguez-Ibabe JM. *Static recrystallization behavior of a wide range of austenite*. ISIJ International. 2000; 40(9): pp 893–901.
- [202] Sellars CM. *In Hot Working and Forming Processes*. Sellars CM and Davies G, Eds. TMS, London; 1980: pp 3–15.
- [203] Medina SF and Mancilla JE. *Determination of static recrystallization critical temperature of austenite in microalloyed steels*. ISIJ International. 1993; 33(12): pp 1257–1264.
- [204] Roucules C, Yue Y and Jonas JJ. *Effect of alloying elements on metadynamic recrystallization in HSLA steels*. Metallurgical and Materials Transactions A. 1995; 26: pp 181–190.
- [205] Medina SF and Quispe A. *Static recrystallization – precipitation interaction in microalloyed steels*. Materials Science Forum. 2003; 426–432: pp 1139–1144.
- [206] Kliber J and Schindler I. *Recrystallization/precipitation behaviour in microalloyed steels*. Journal of Materials Processing Technology. 1996; 60: pp 597–602.
- [207] Russell KC. *Advances in Colloid and Interface Science*. 1980; 13: pp 205–318.
- [208] Maugis PH and Gouné M. *Kinetics of vanadium carbonitride precipitation in steel: A computer model*. Acta Materialia. 2005; 53: pp 3359–3367.

- [209] *Numerical data and functional relationships in science and technology*, Vol 26, Diffusion in solid metals and alloys. pp 124–130 y 480–481. Ed. Landolt–Börnstein, Springer Verlag, Alemania. 1990.
- [210] Rios PR. *Method for the determination of mole fraction and composition of a multicomponent fcc carbonitride*. Materials Science and Engineering A. 1991; 142: pp 87–94.
- [211] Rios PR. *Coment on "An expression for solubility product of complex carbonitrides in multicomponent microalloyed austenite" by X. Liu et al.* Scripta Metallurgica et Materialia. 1995; 33(2): pp 337–339.
- [212] Adrian H and Pickering FB. *Effect of titanium additions on austenite grain growth kinetics of medium carbon V-Nb steels containing 0.008-0.018%N*. Materials Science and technology, 1991. 7: pp 176–182.
- [213] Zou H and Kirkaldy JS. *Carbonitride precipitate growth in Titanium/Niobium microalloyed steels*. Metallurgical Transactions A. 1991, 22A: pp 1511–1524.
- [214] Gladman TG. *The Physical Metallurgy of Microalloyed steels*. The Institute of Material. London. 1997: pp 82–130.
- [215] Medina SF and Quispe A. *Influence of strain on induced precipitation kinetics in microalloyed steels*. ISIJ International. 1996; 36(10): pp 1295–1300.
- [216] Speer JG, Michael JR and Hansen SS. *Carbonitride precipitation in niobium/vanadium microalloyed steels*. Metallurgical Transactions A. 1987; 18: pp 211–222.
- [217] Medina SF, Quispe A and Gómez M. *Model for static recrystallization critical temperature in microalloyed steels*. Materials Science and Technology. 2001; 17: pp 536–544.





## ANEXOS

Figura 1A: Curvas de fluencia de los dos aceros con  $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$ .Figura 2A: Curvas de fluencia de los dos aceros con  $\dot{\epsilon} = 0.01 \text{ s}^{-1}$ .Figura 3A: Curvas de fluencia de los dos aceros con  $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ .

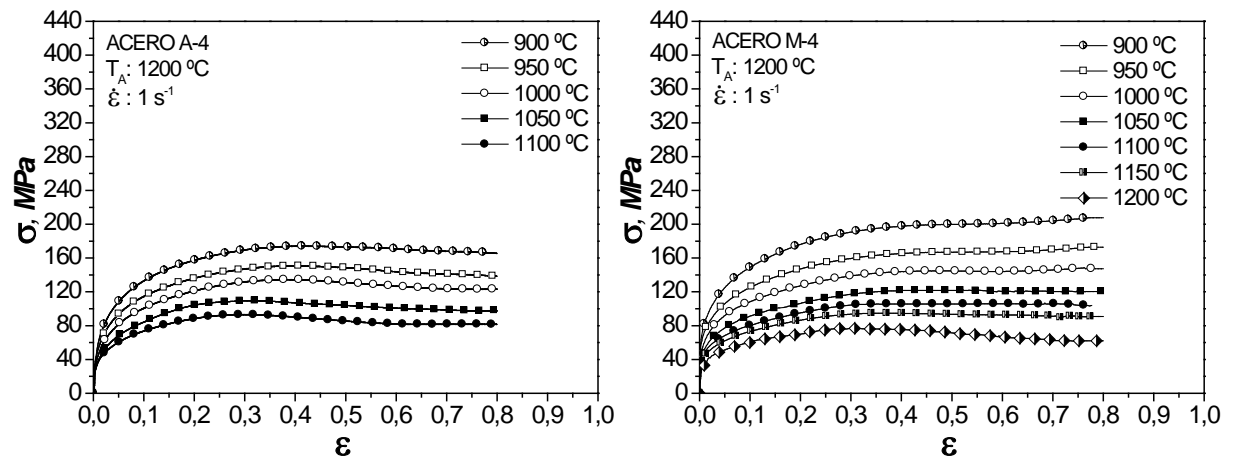


Figura 4A: Curvas de fluencia de los dos aceros con  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ .

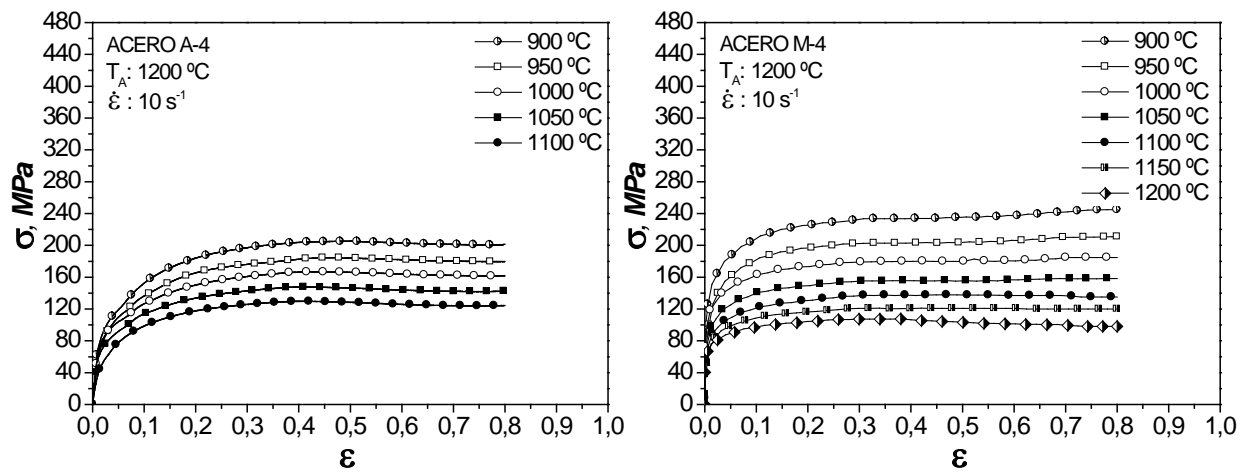


Figura 5A: Curvas de fluencia de los dos aceros con  $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ .

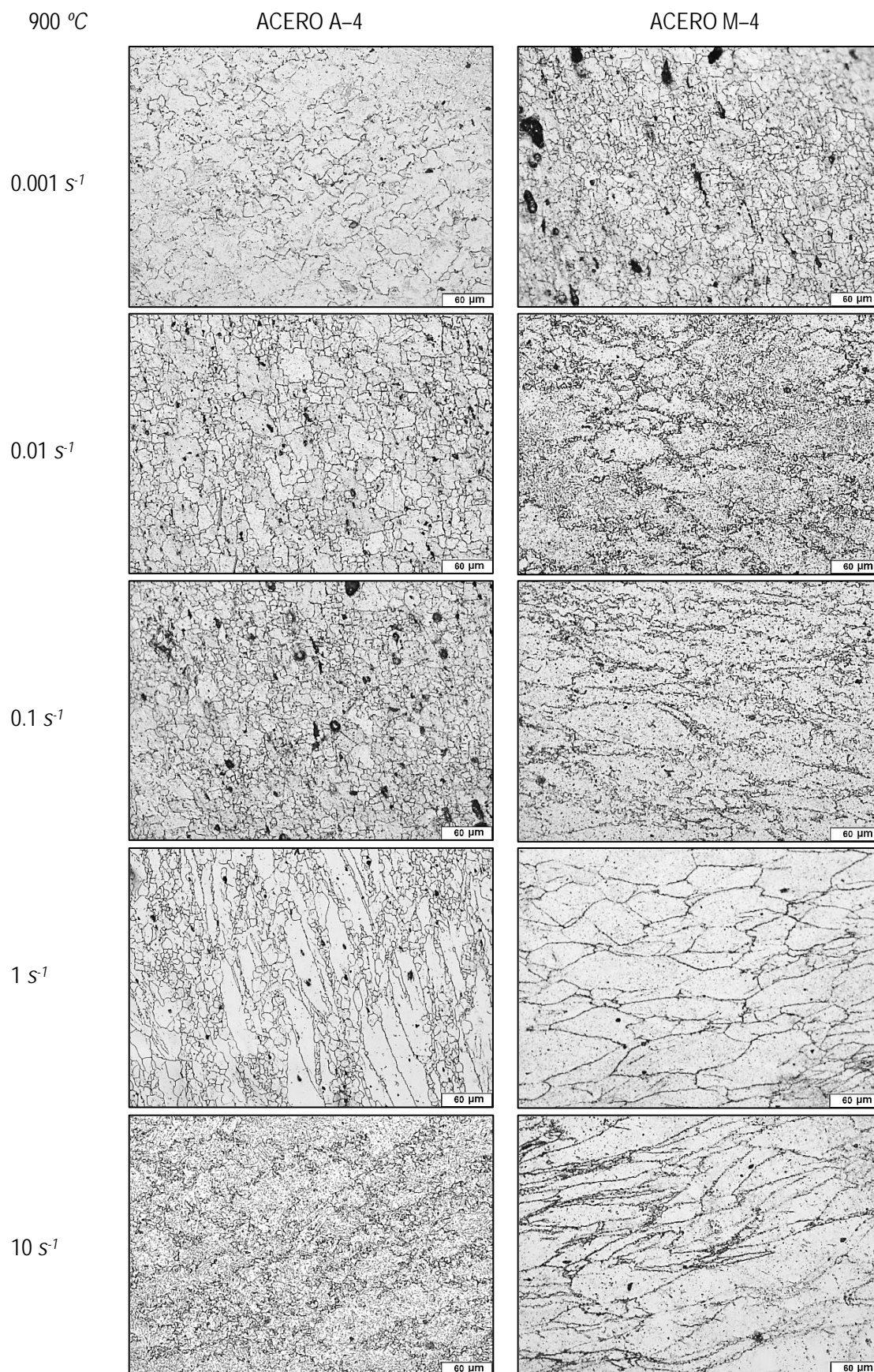


Figura 6A: Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 900 °C.

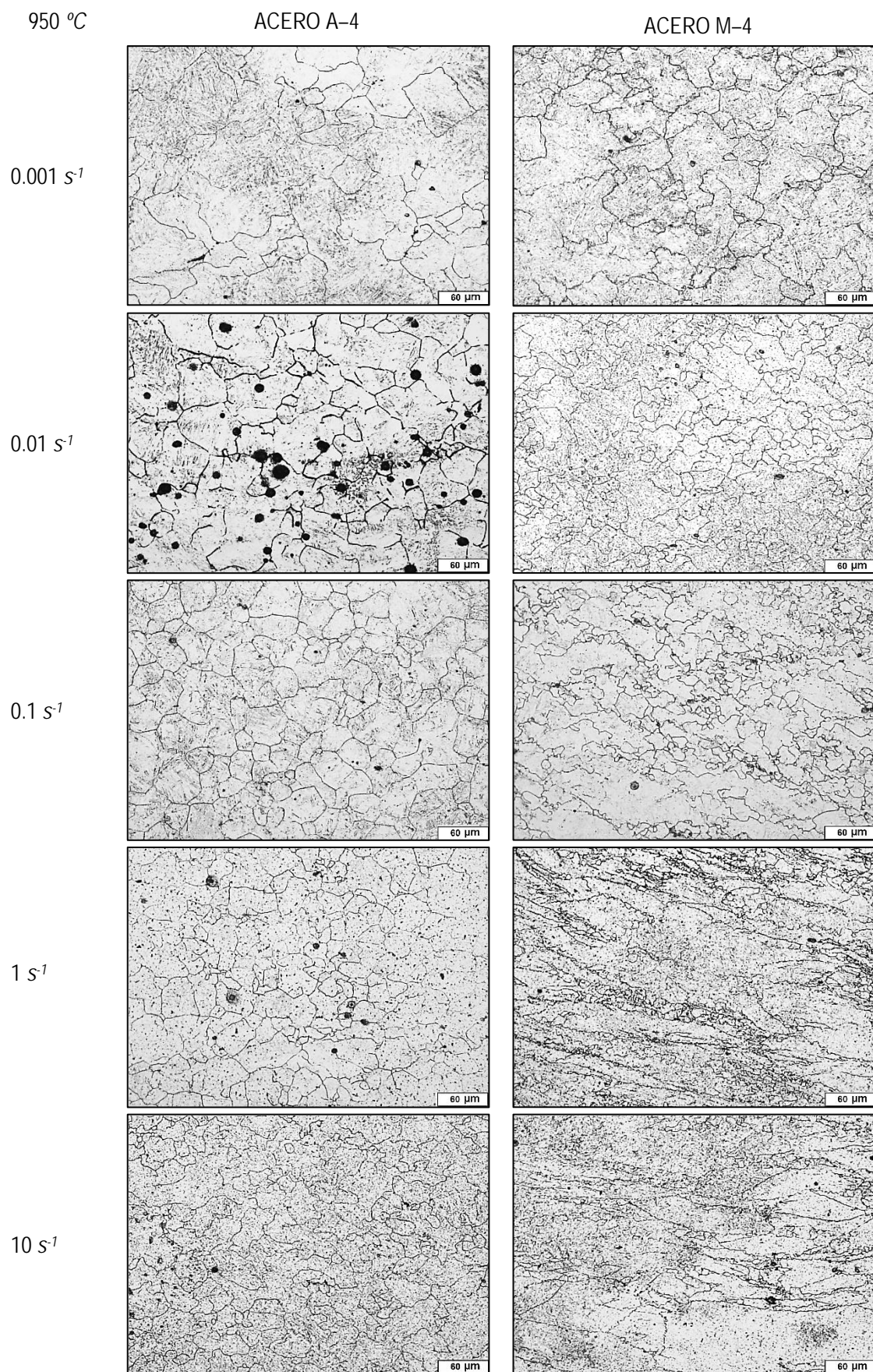


Figura 7A: Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 950 °C.



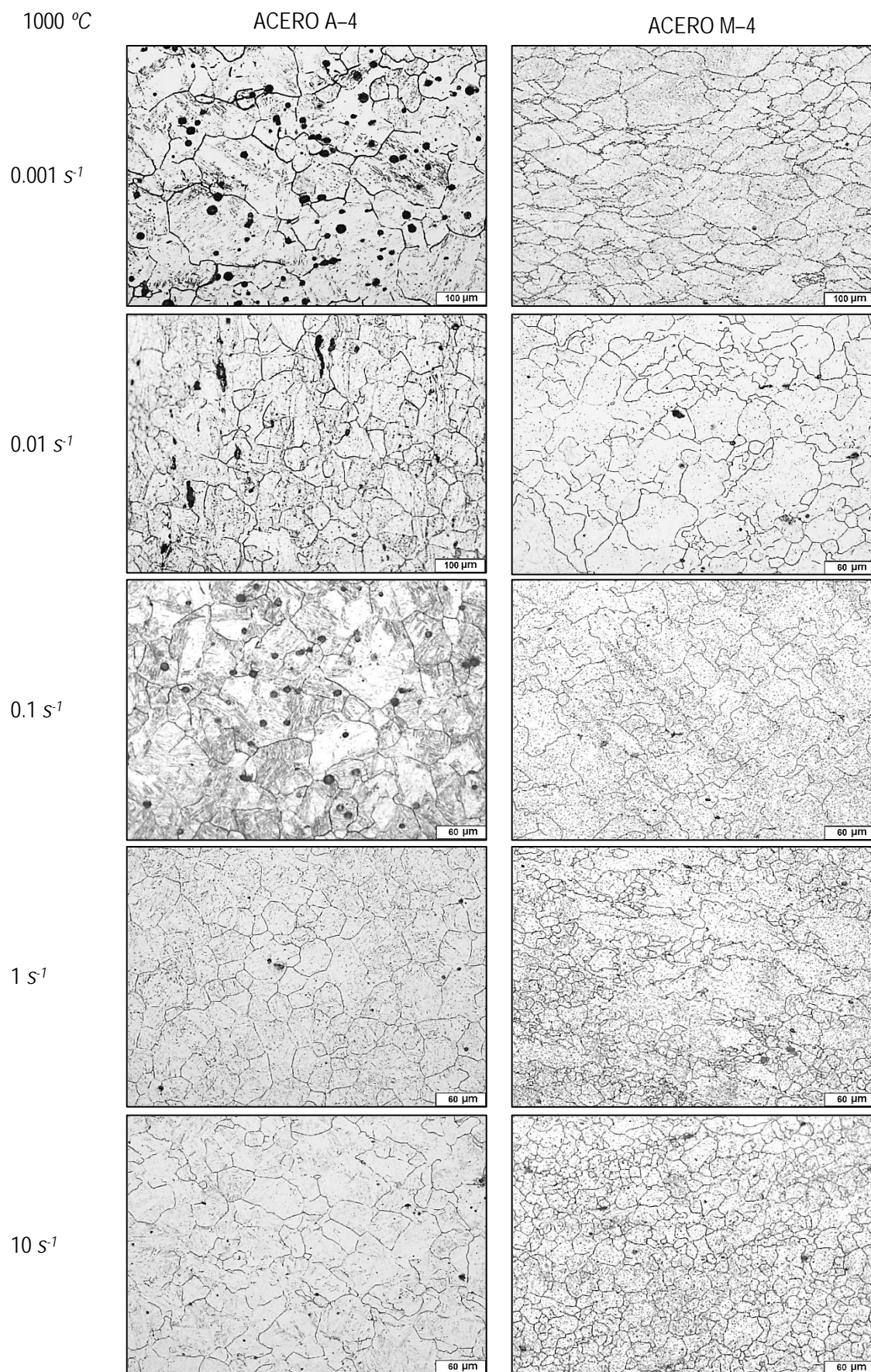


Figura 8A: Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 1000 °C.



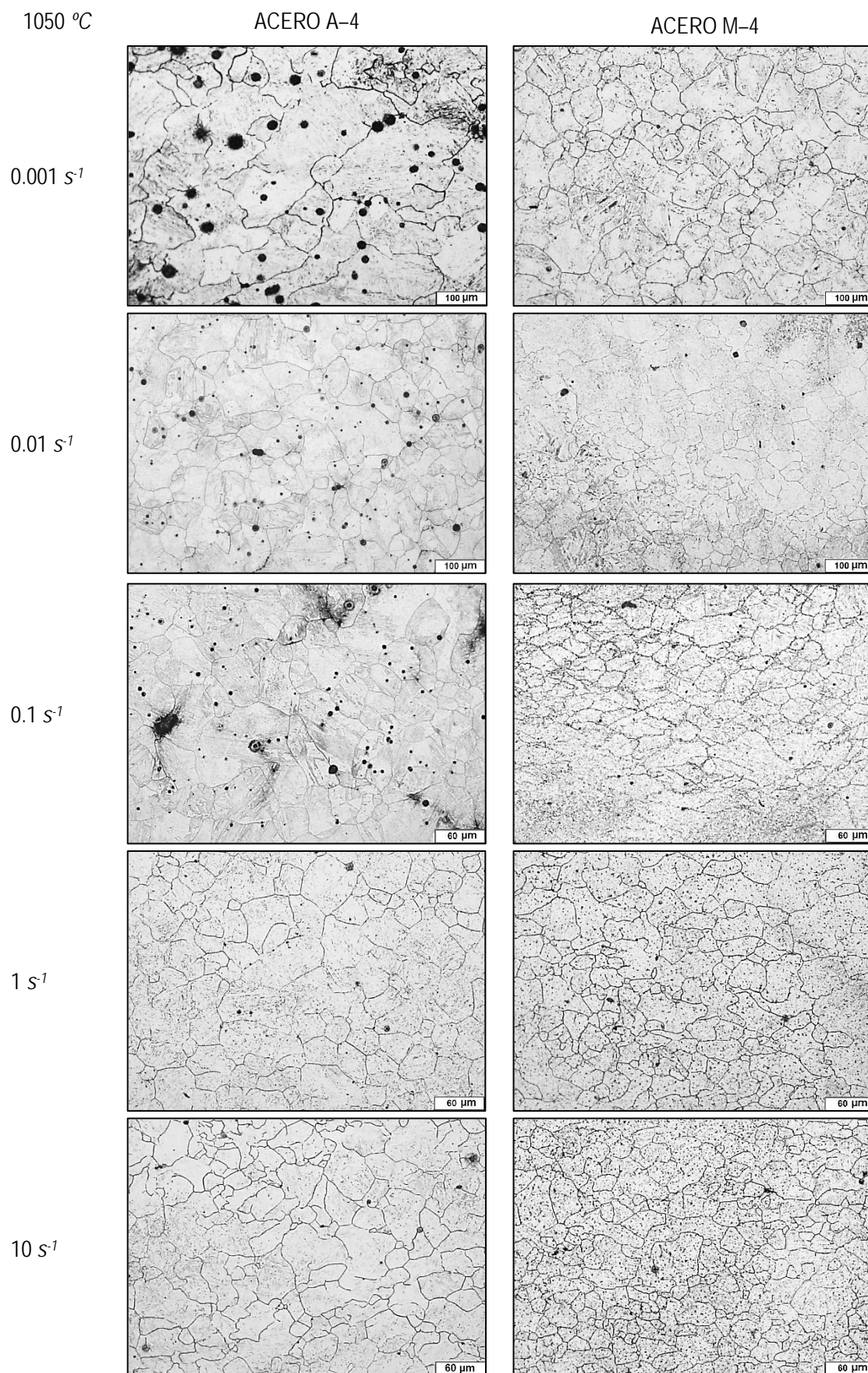


Figura 9A: Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 1050 °C.

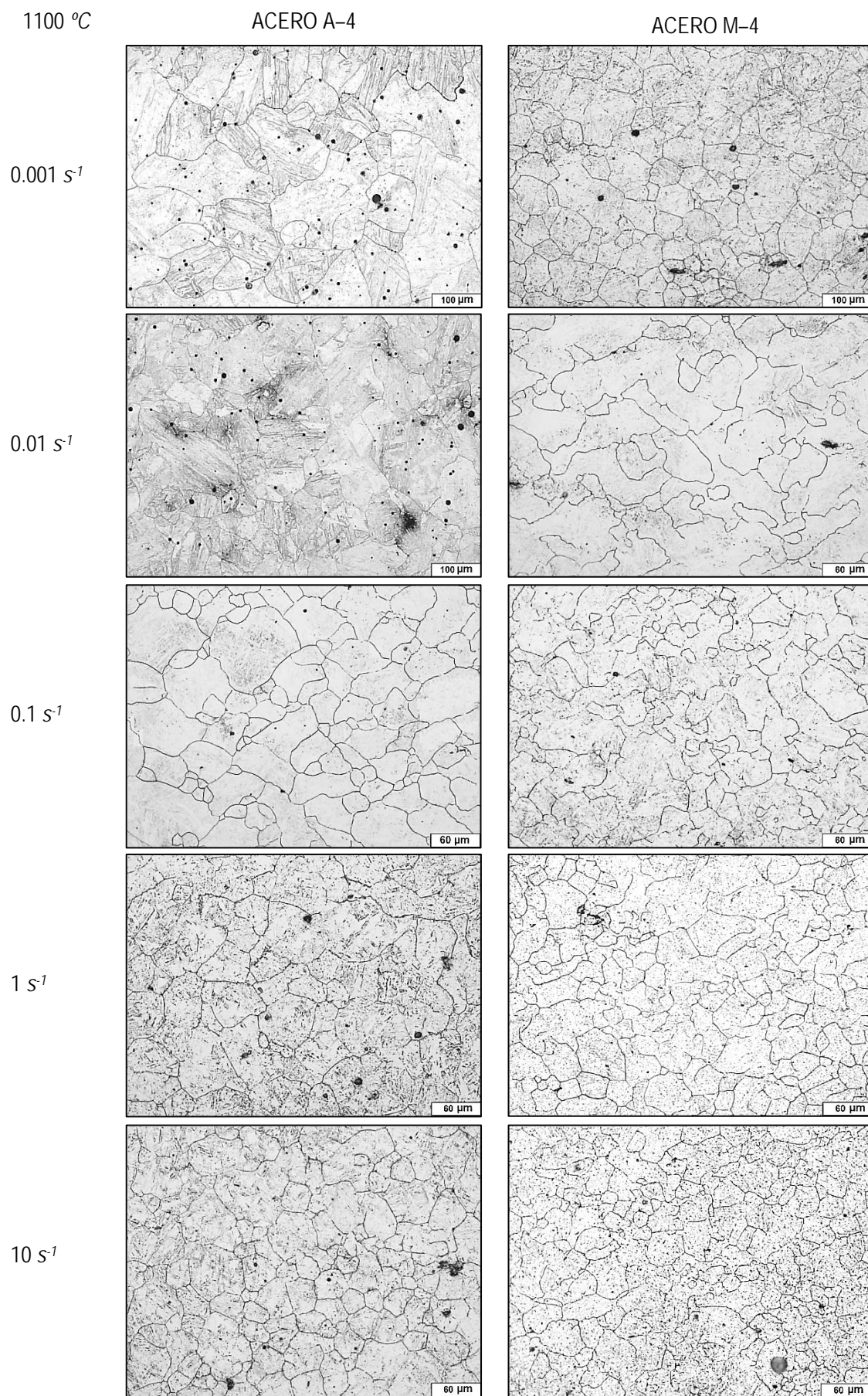


Figura 10A: Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en los dos aceros a 1100 °C.

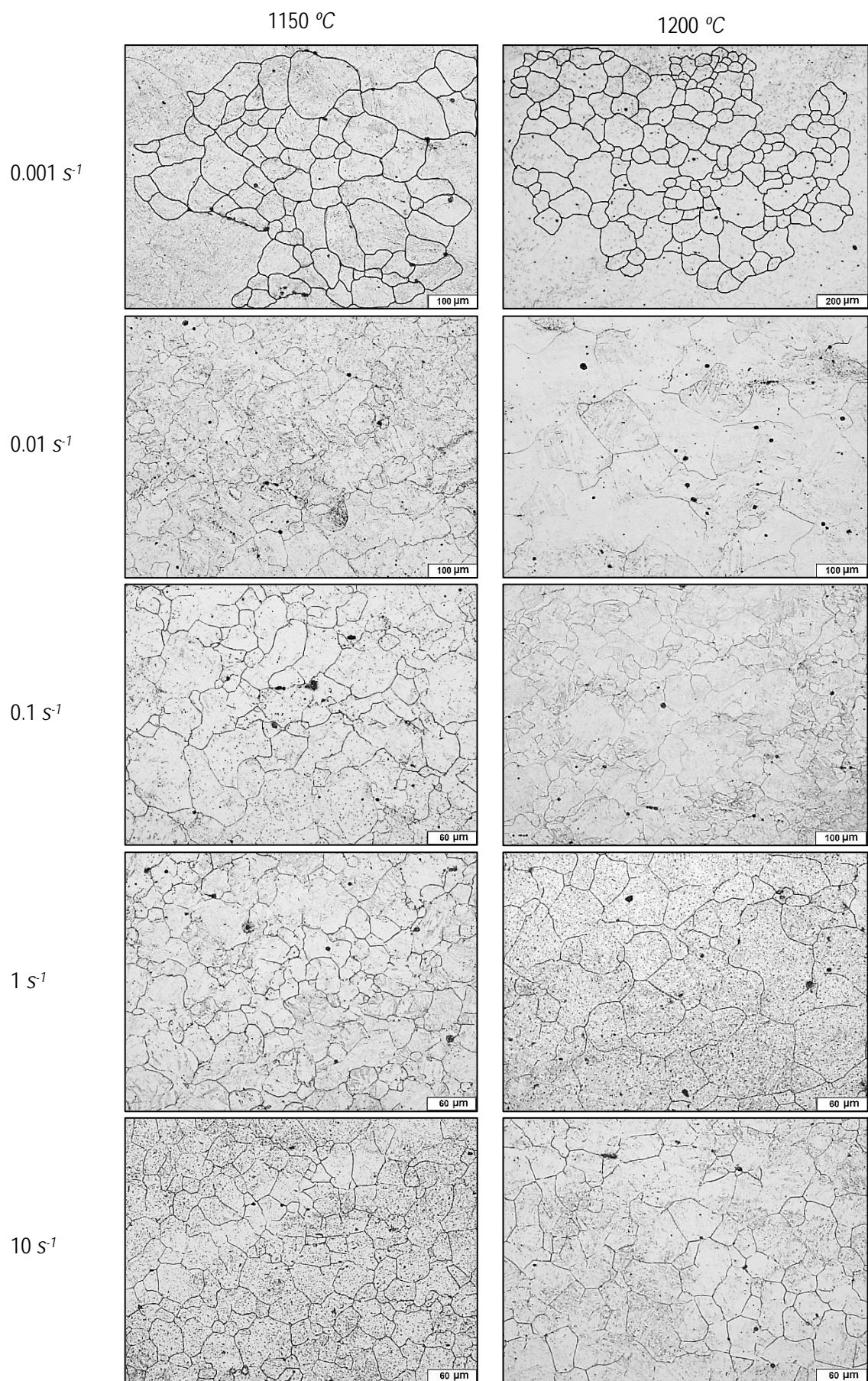


Figura 11A: Microestructuras reveladas de los ensayos de compresión simple en el acero microaleado a 1150 y 1200 °C.



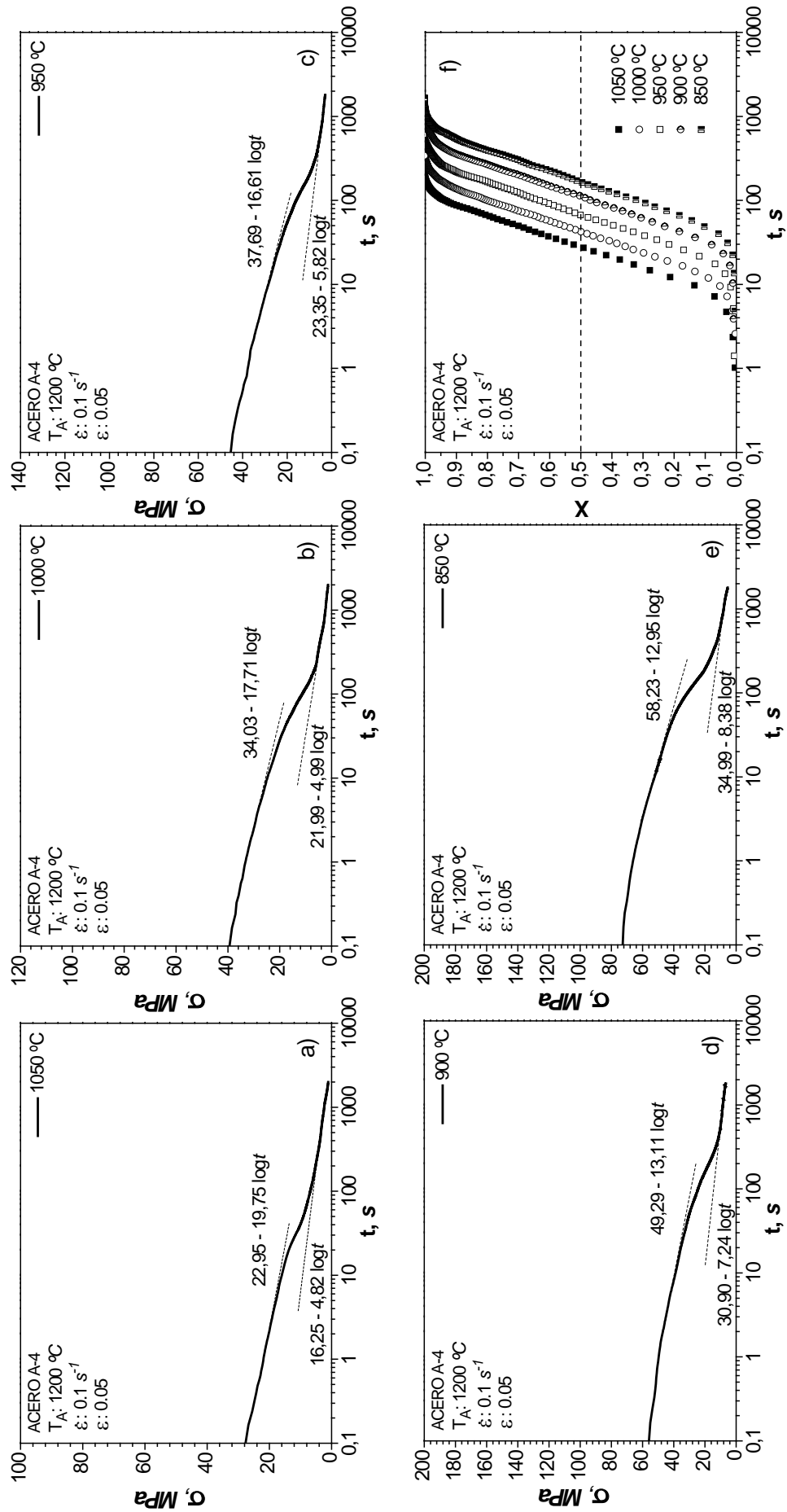


Figura 12A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1$  s $^{-1}$  y  $\epsilon = 0.05$ ).

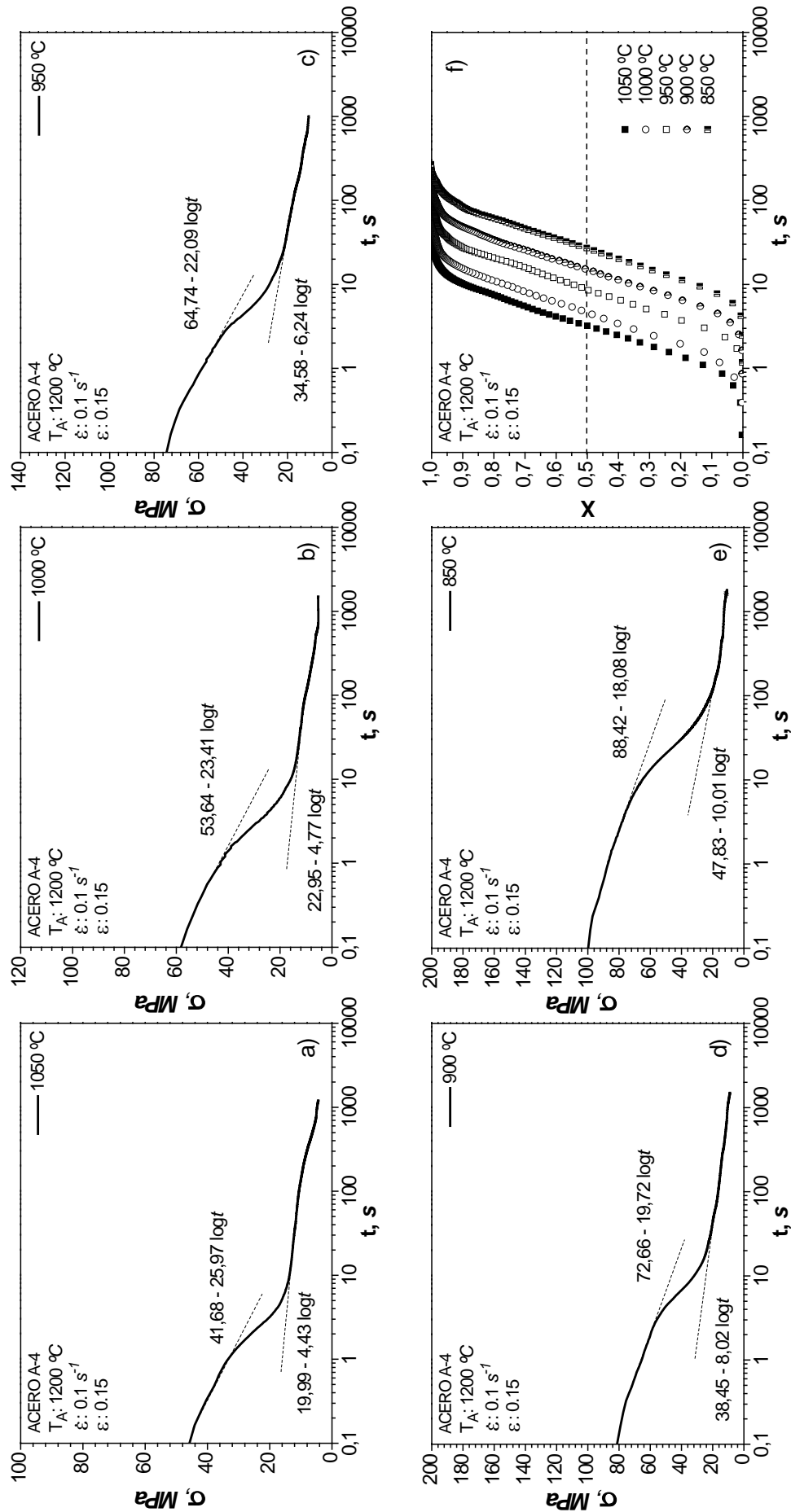


Figura 13A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.15$ ).

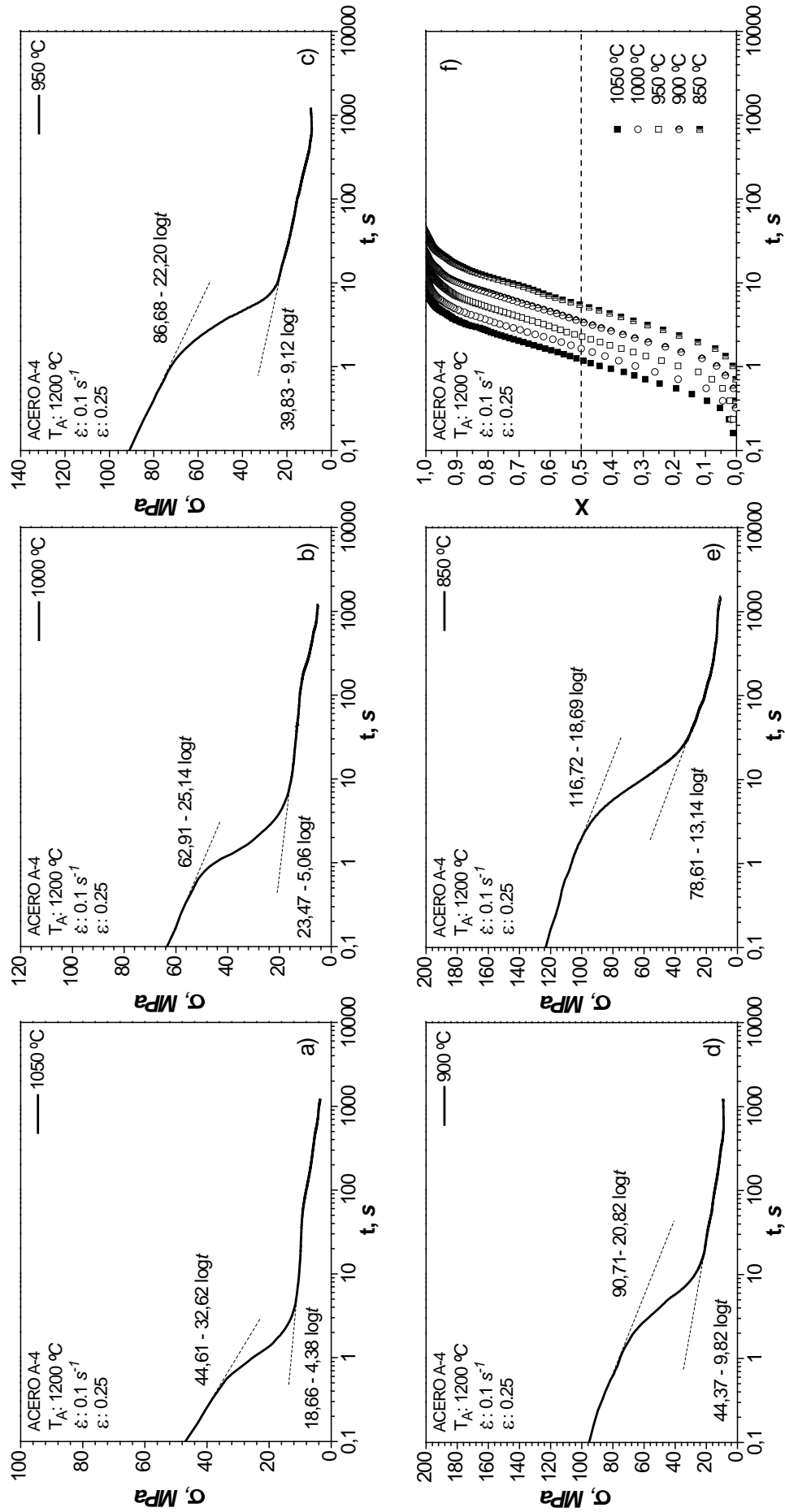


Figura 14A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.25$ ).

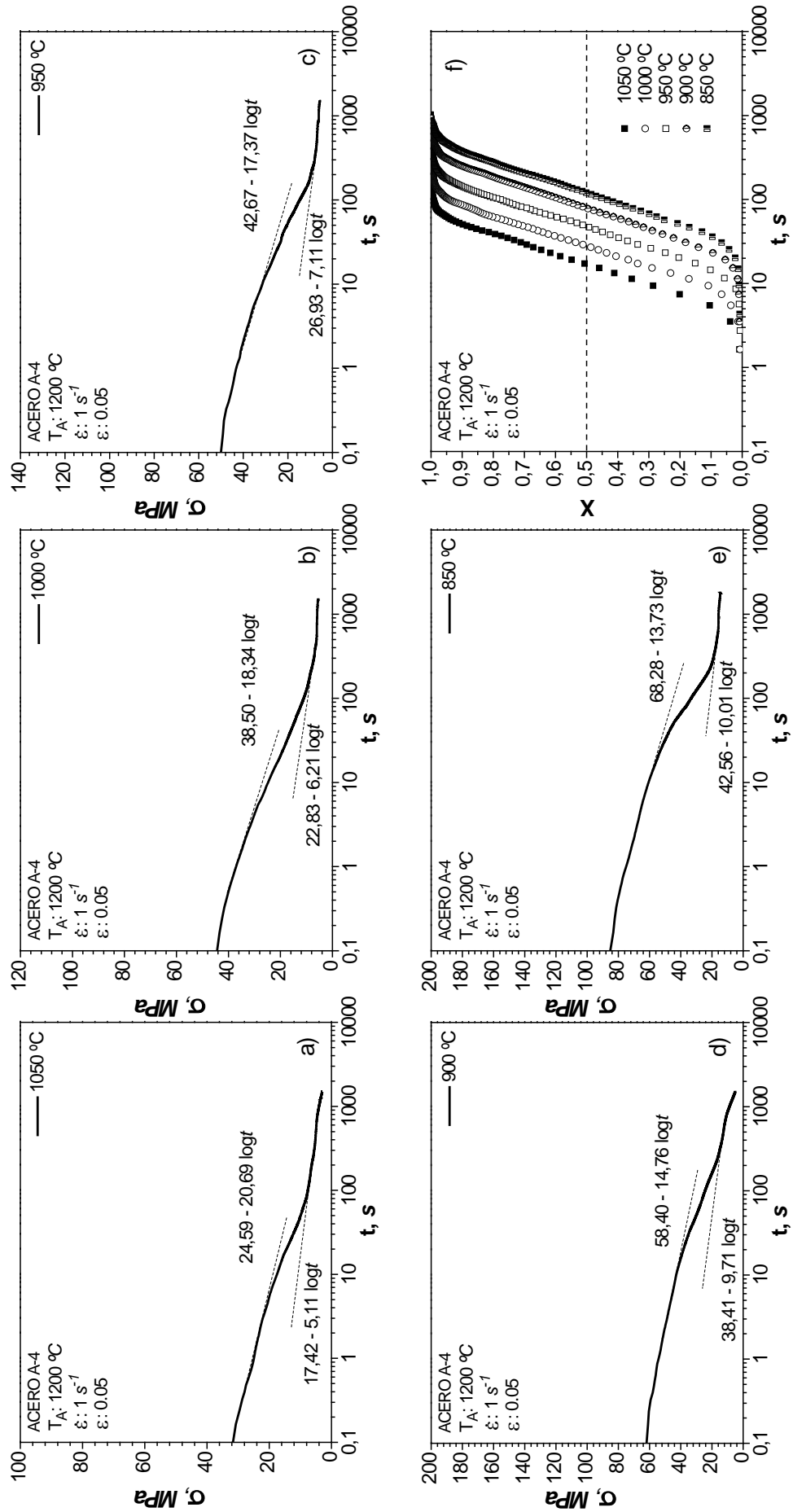


Figura 15A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.05$ ).

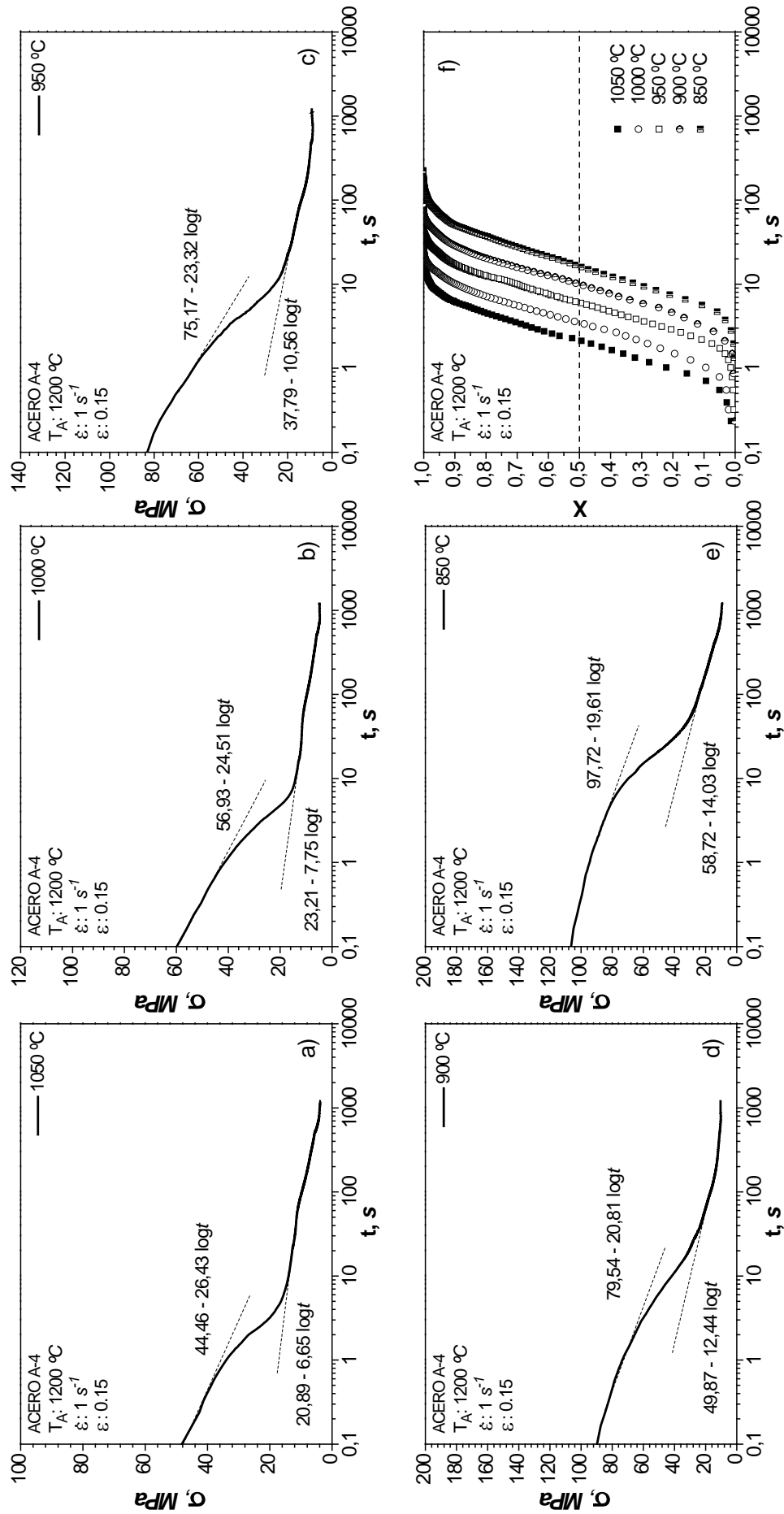


Figura 16A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.15$ ).

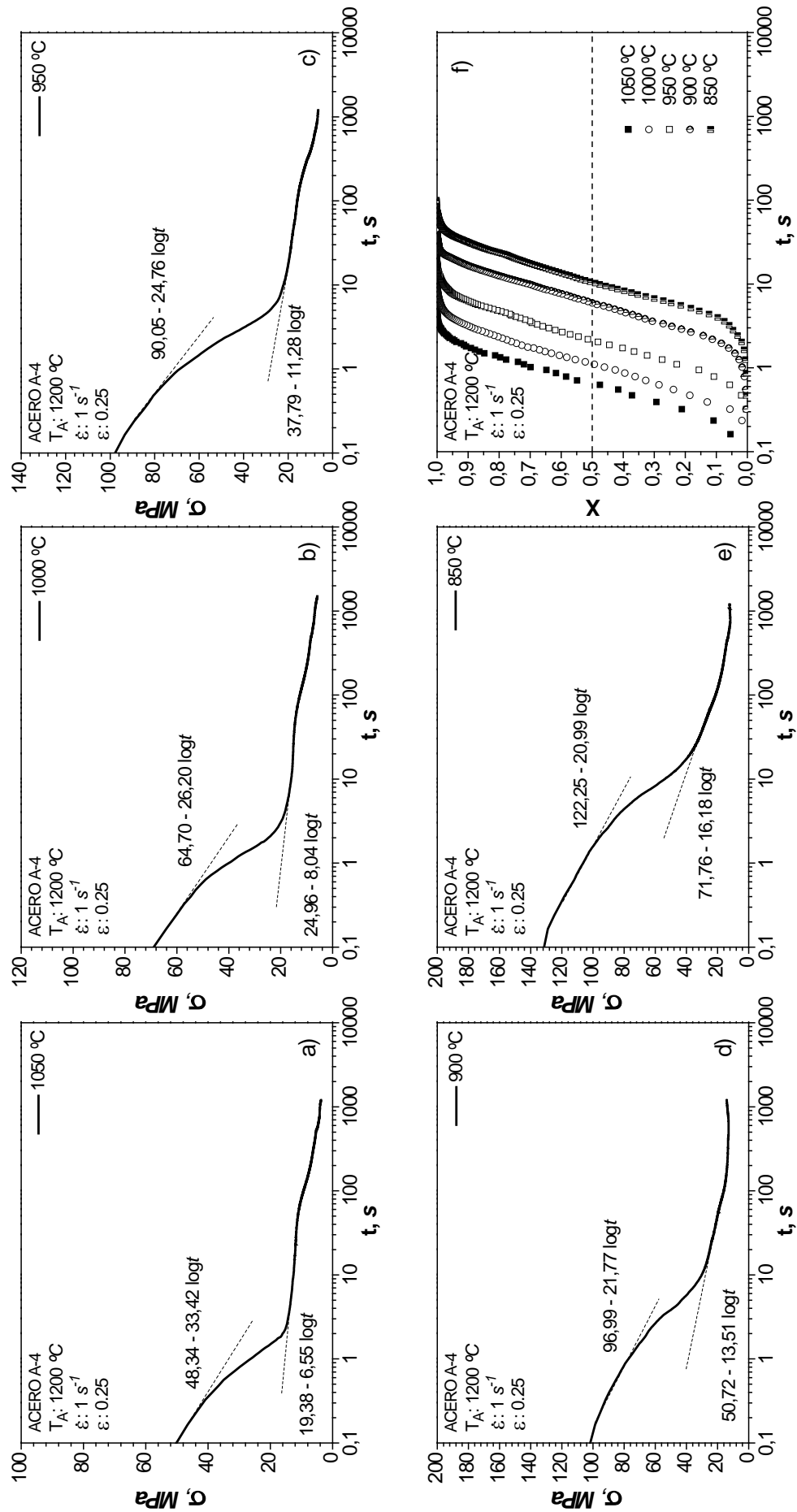


Figura 17A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.25$ ).

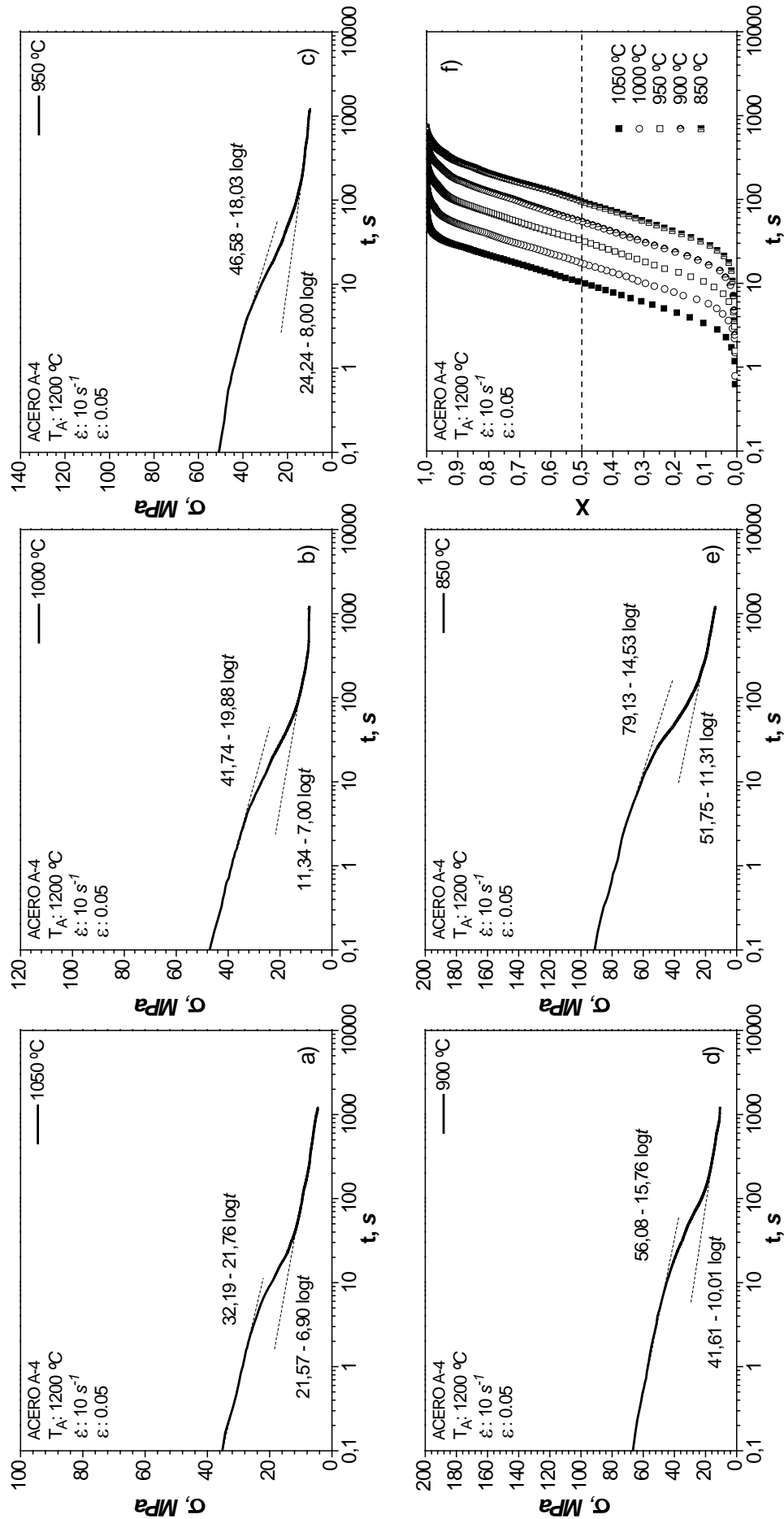


Figura 18A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10$  s $^{-1}$  y  $\epsilon = 0.05$ ).

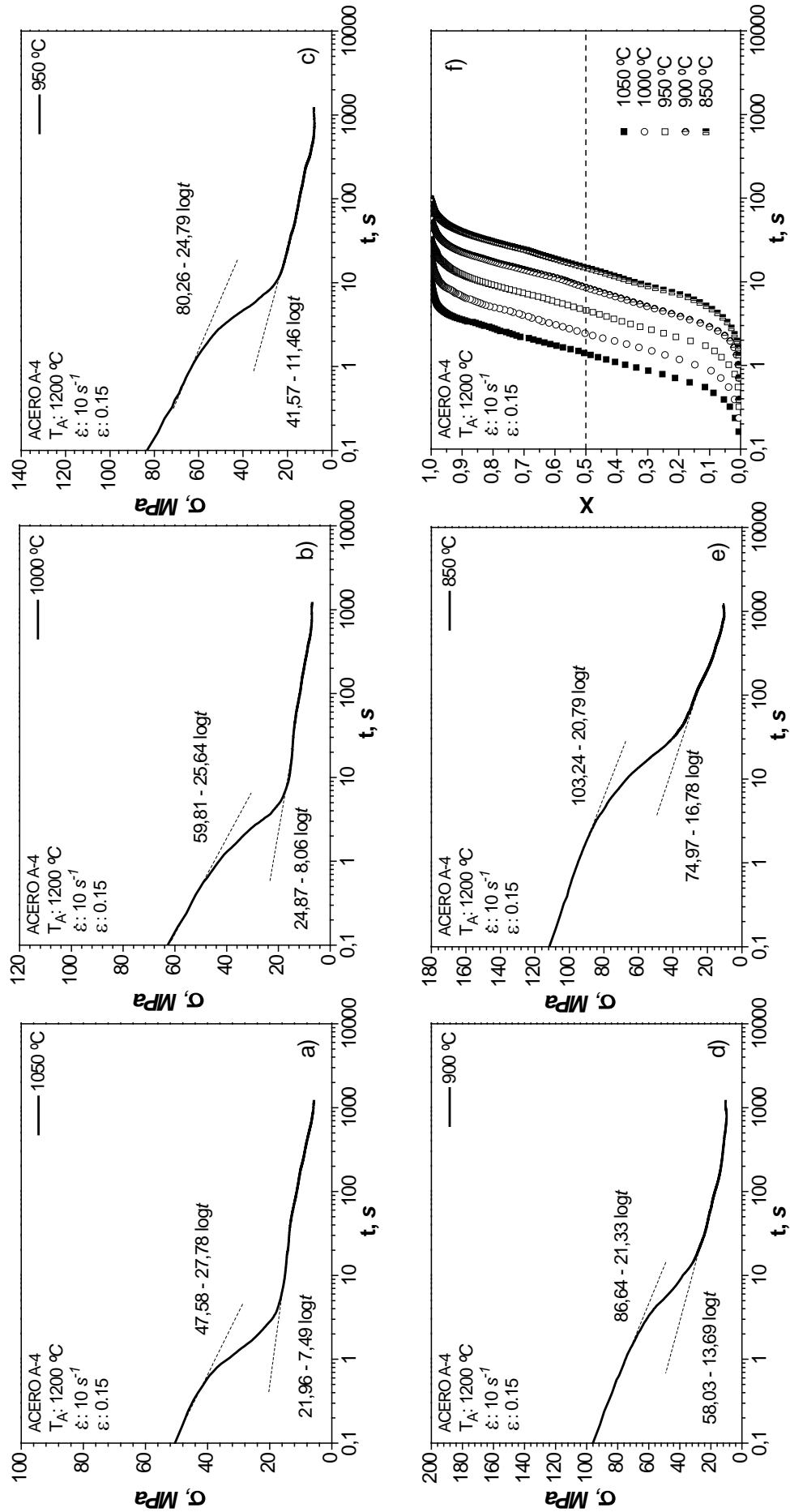


Figura 19A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.15$ ).



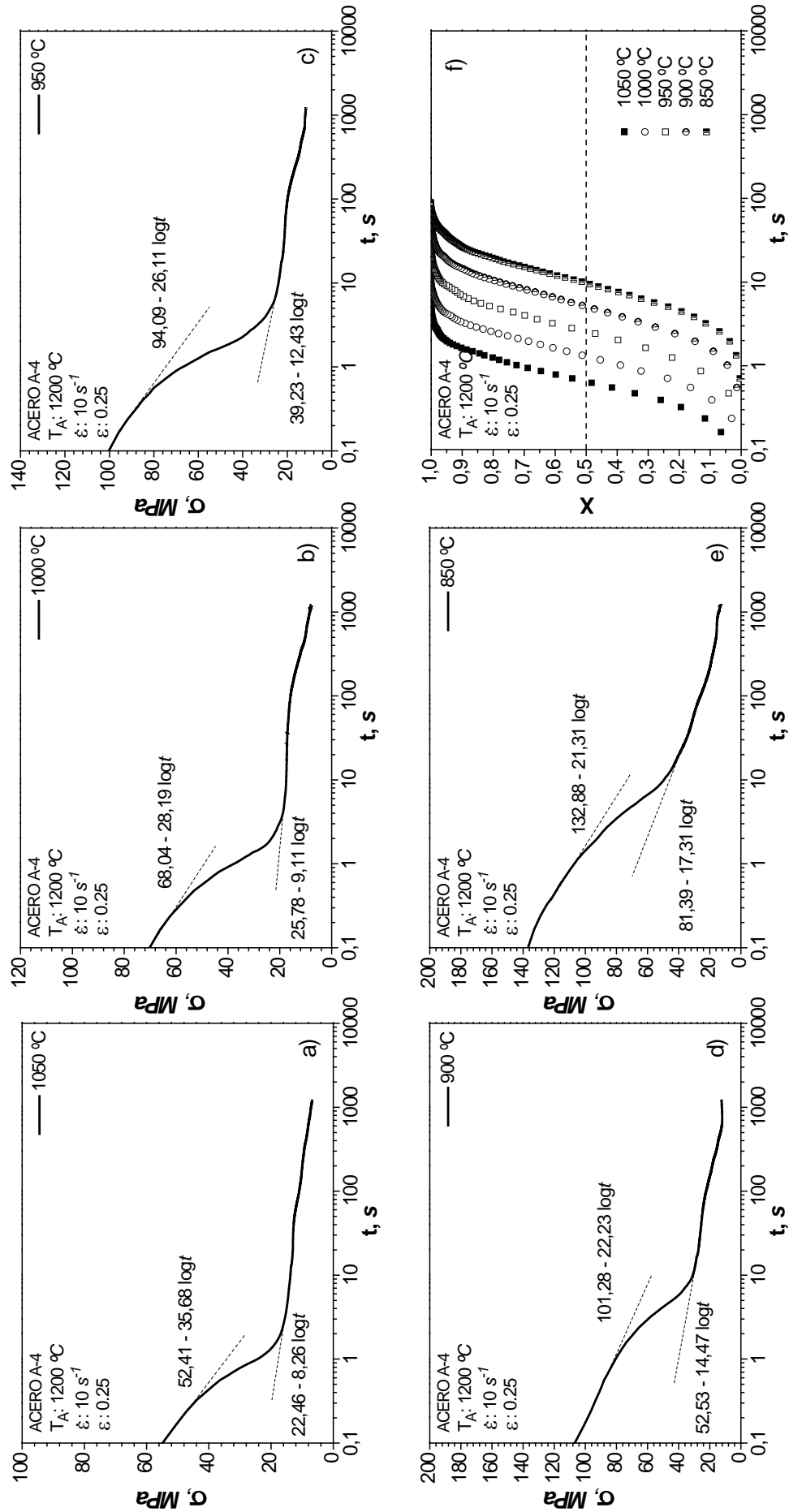


Figura 20A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero A-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.25$ ).

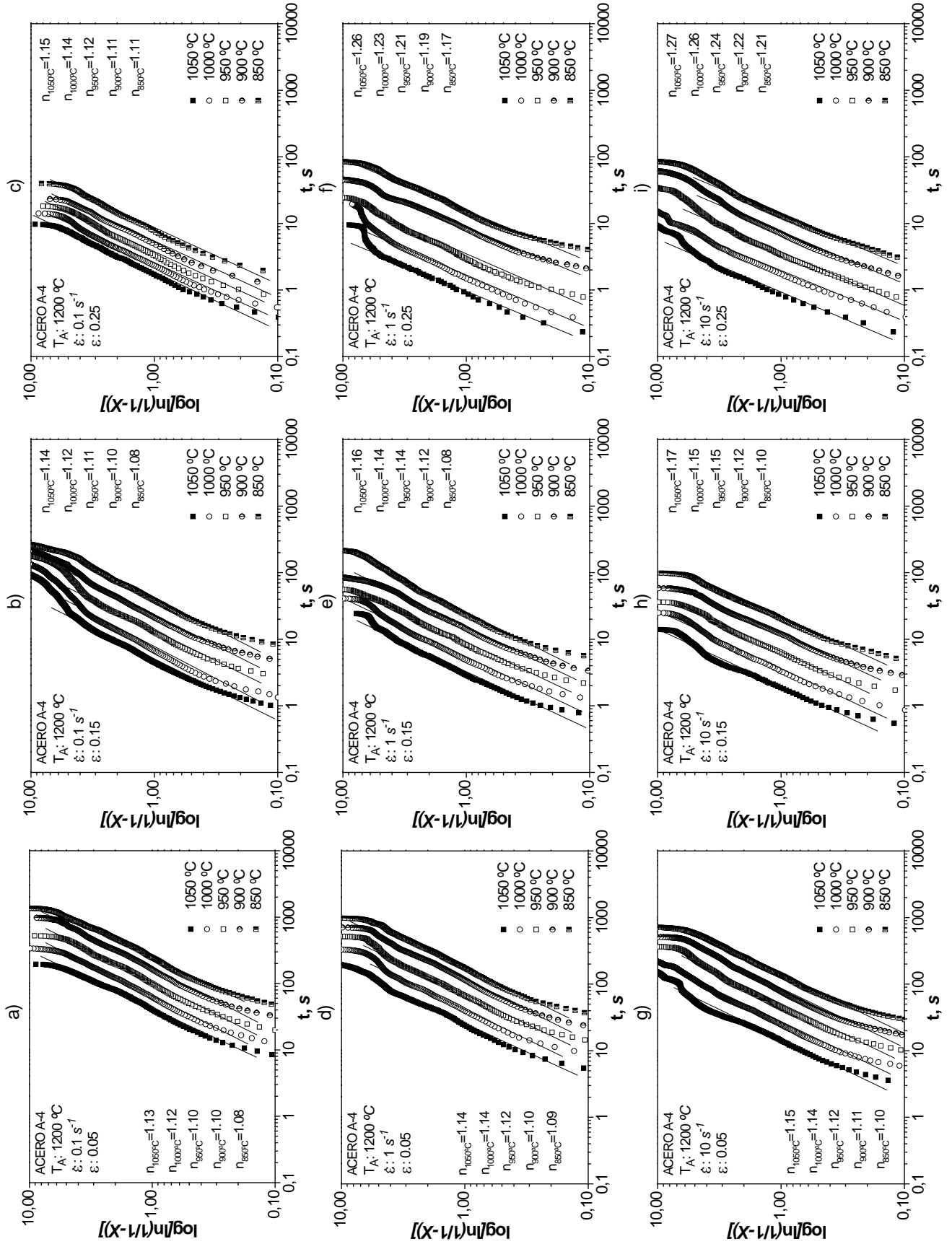


Figura 21A: Exponente de Avrami en el acero A-4.

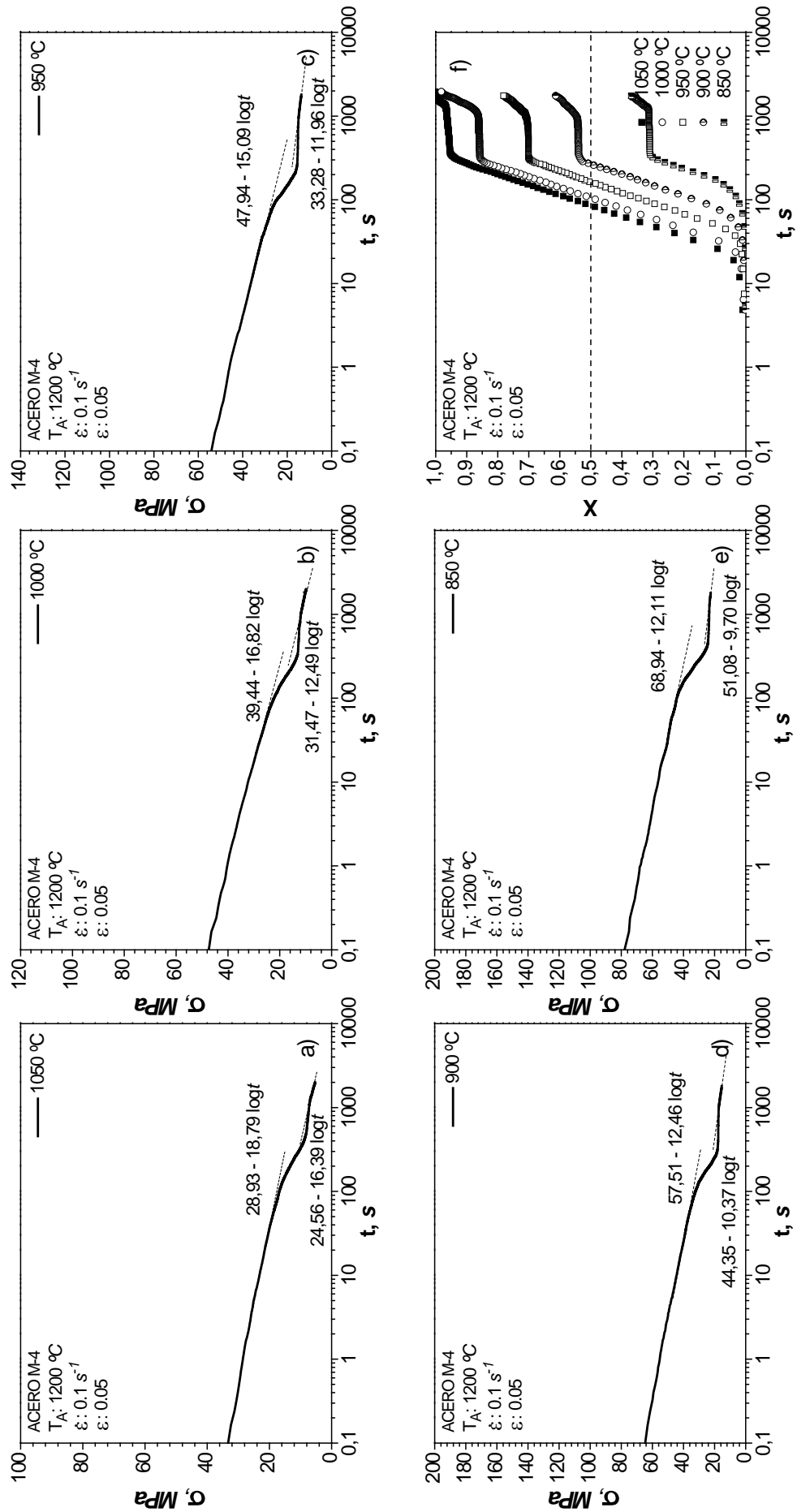


Figura 22A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.05$ ).

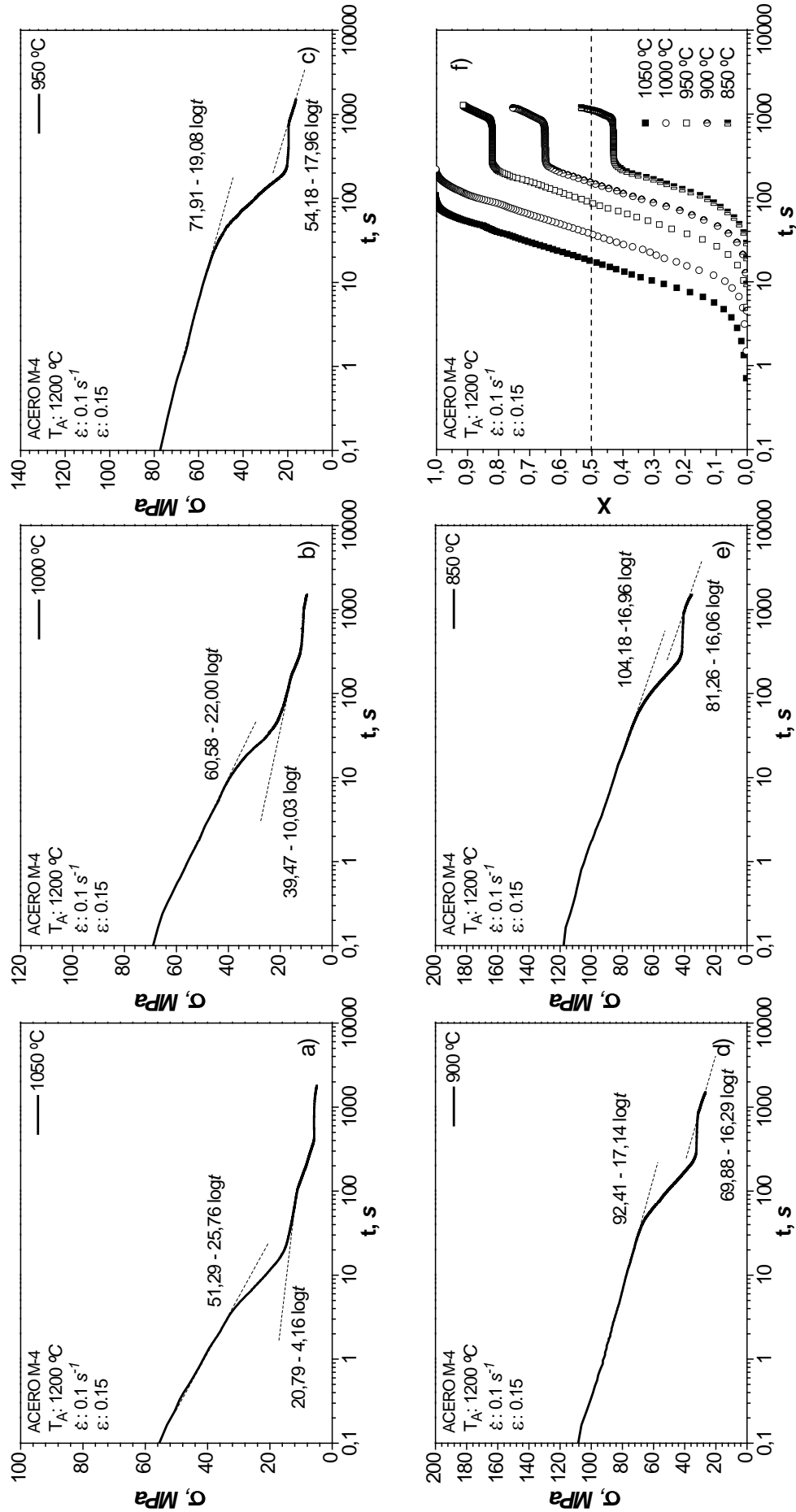


Figura 23A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.15$ ).

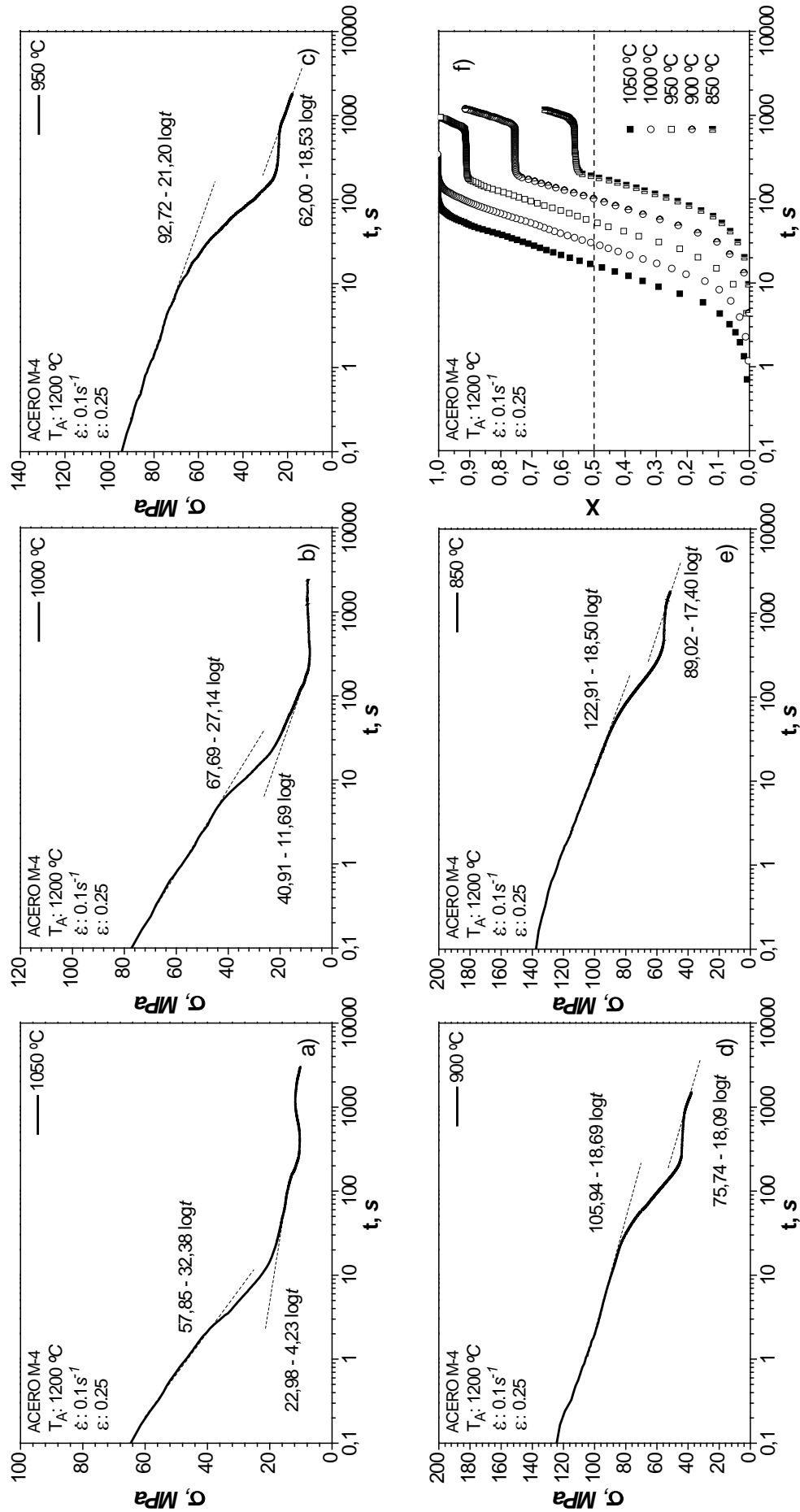


Figura 24A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.25$ ).

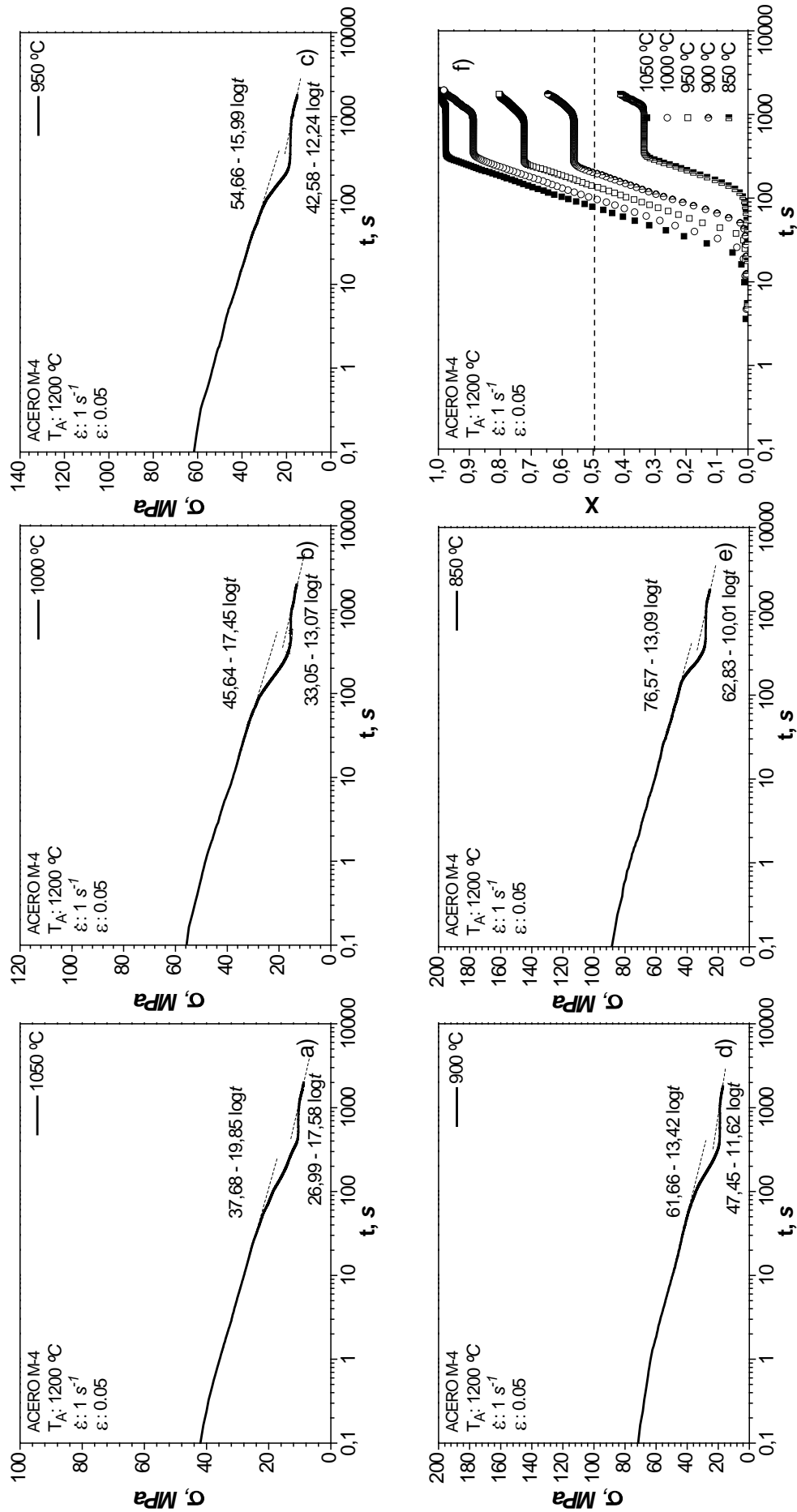


Figura 25A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.05$ ).

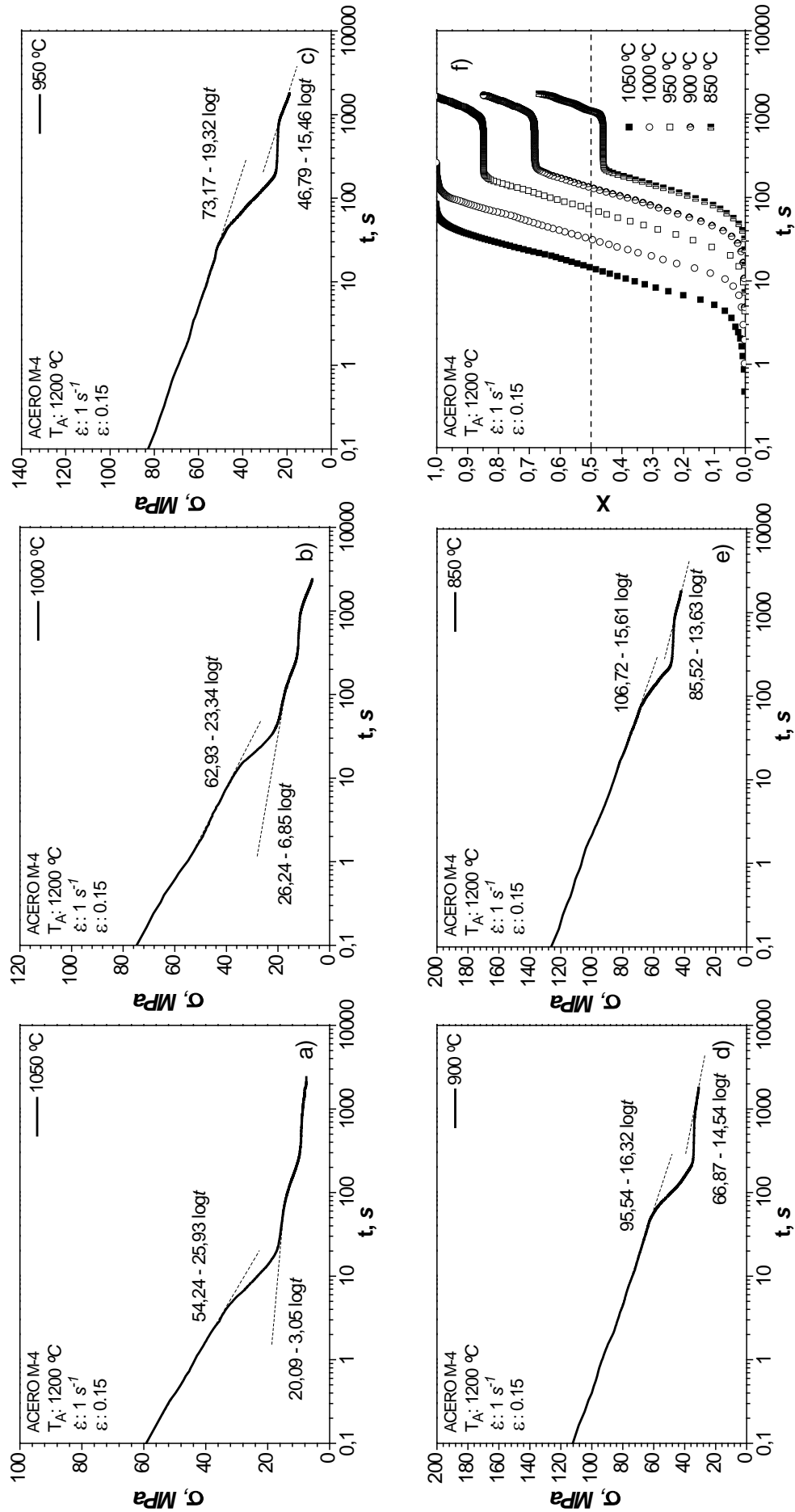


Figura 26A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.15$ ).

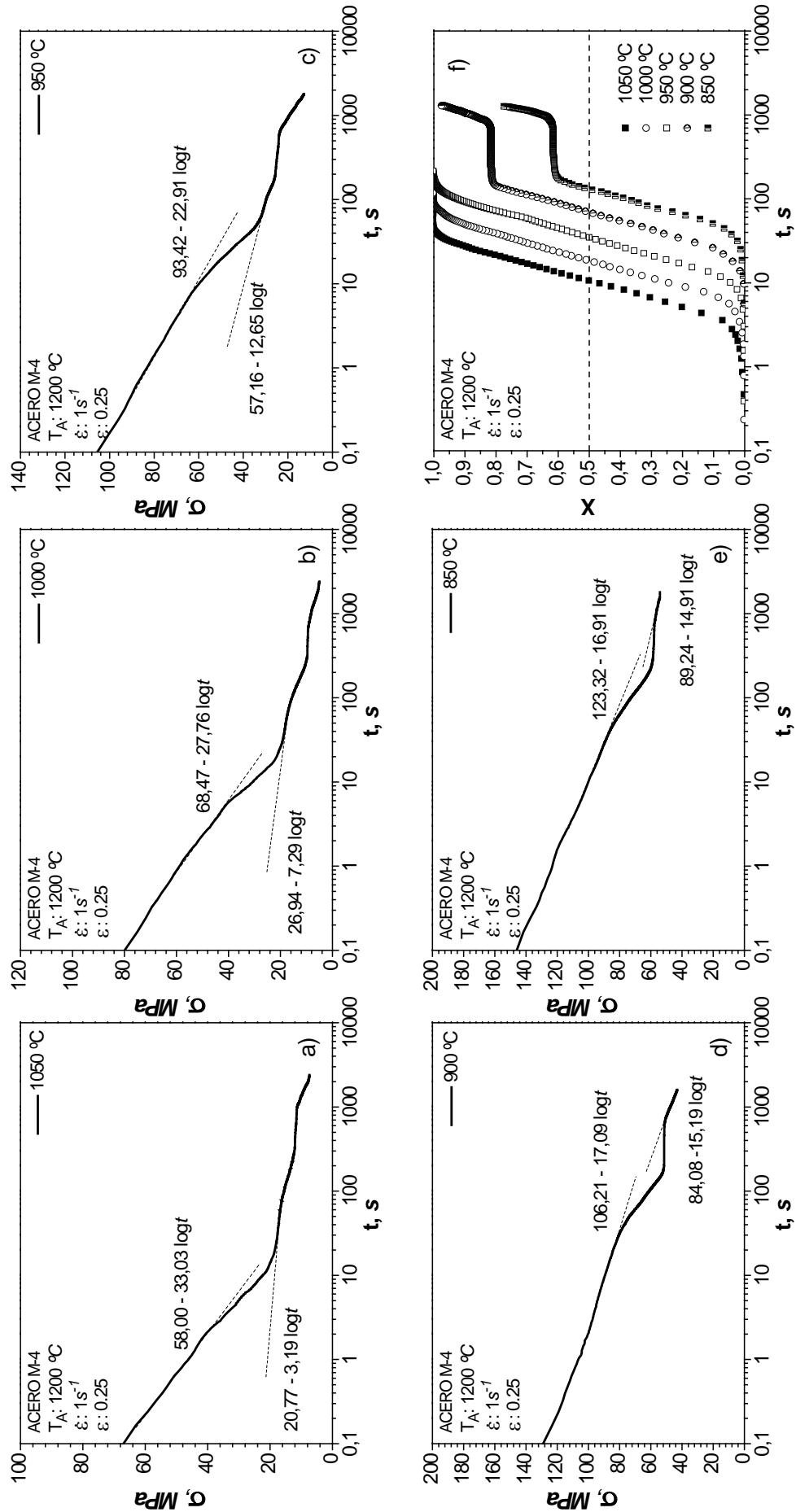


Figura 27A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050  $^{\circ}\text{C}$ , b) 1000  $^{\circ}\text{C}$ , c) 950  $^{\circ}\text{C}$ , d) 900  $^{\circ}\text{C}$ , e) 850  $^{\circ}\text{C}$  f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.25$ ).



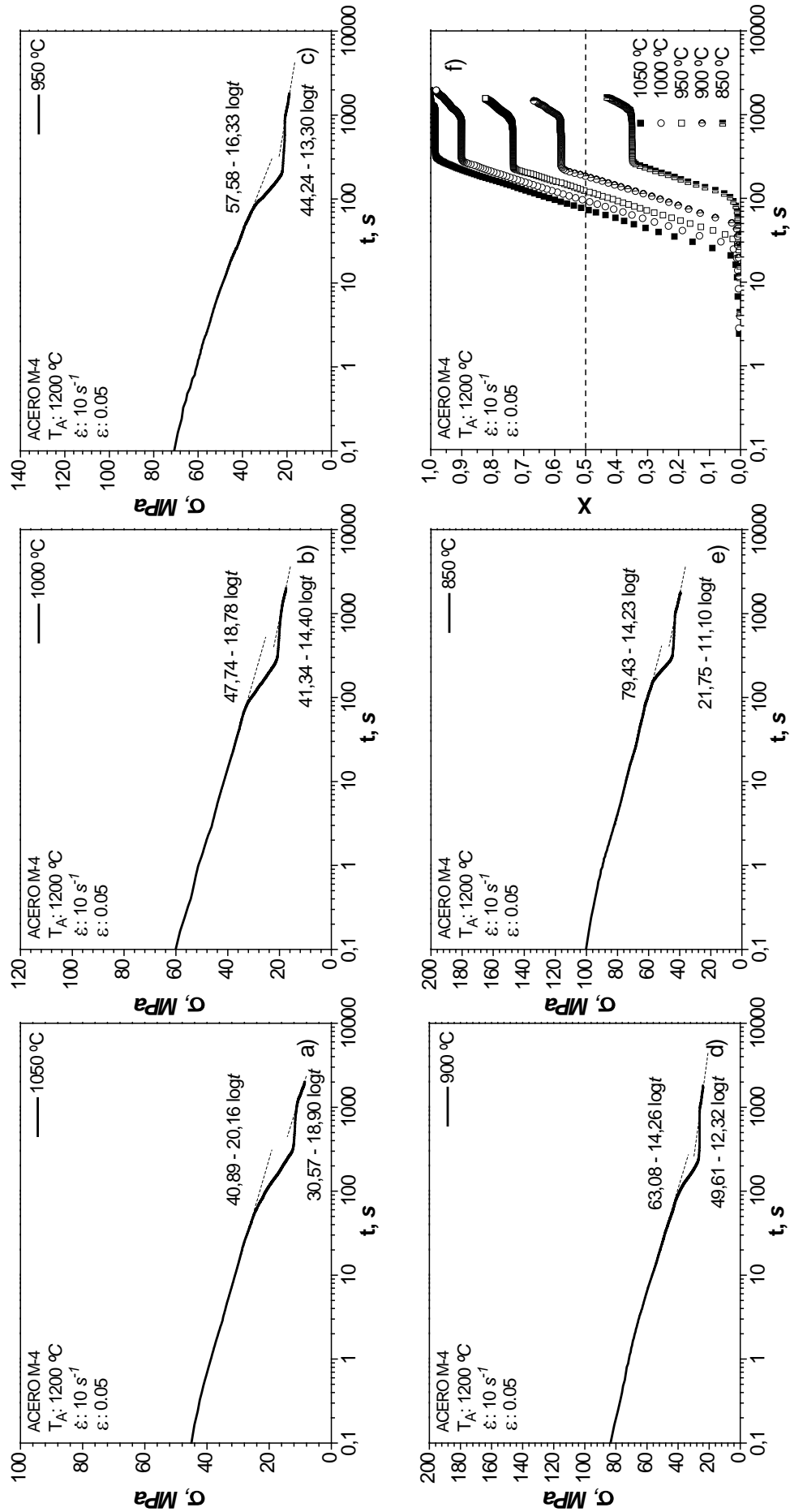


Figura 28A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.05$ ).

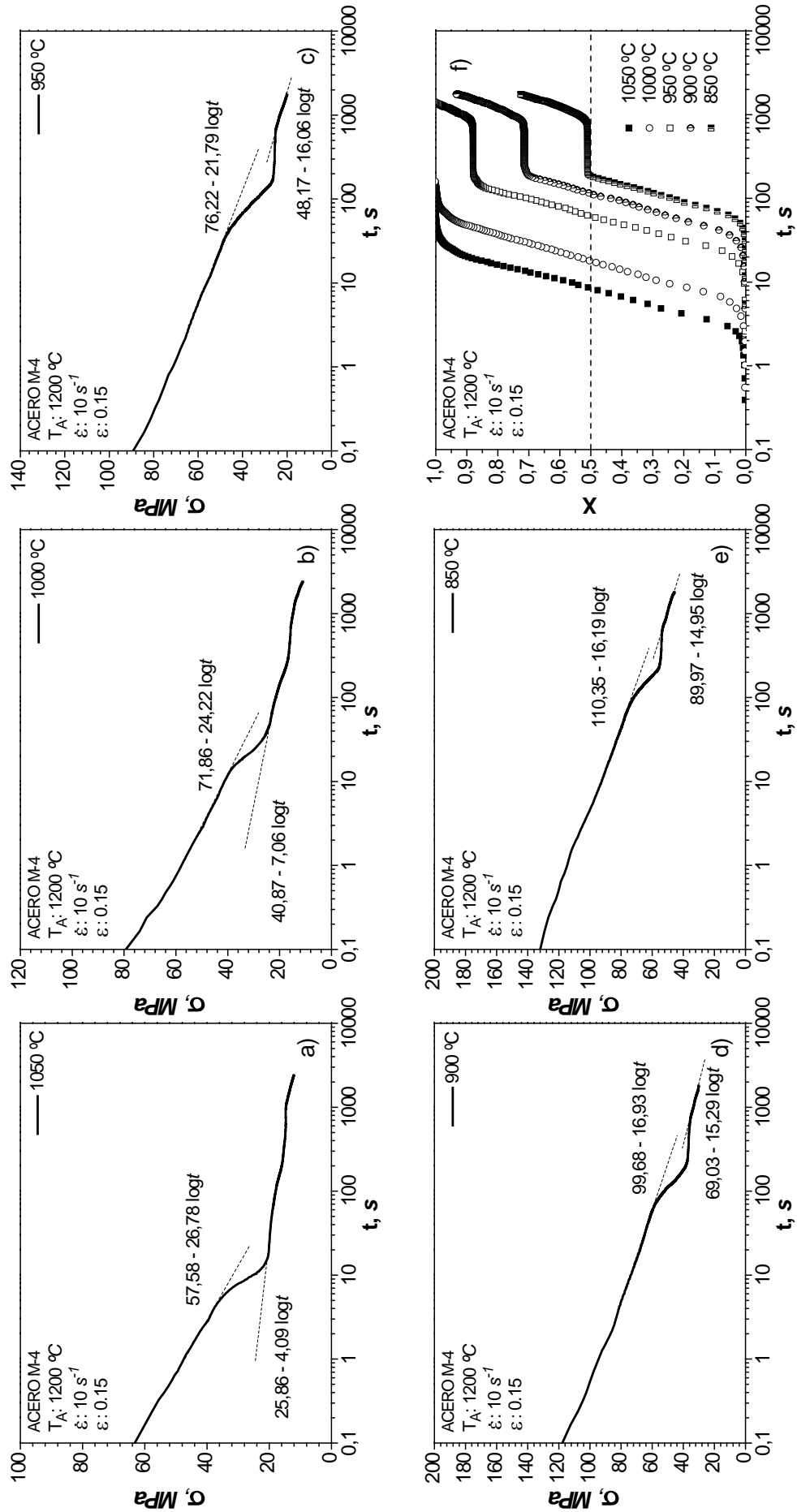


Figura 29A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.15$ ).

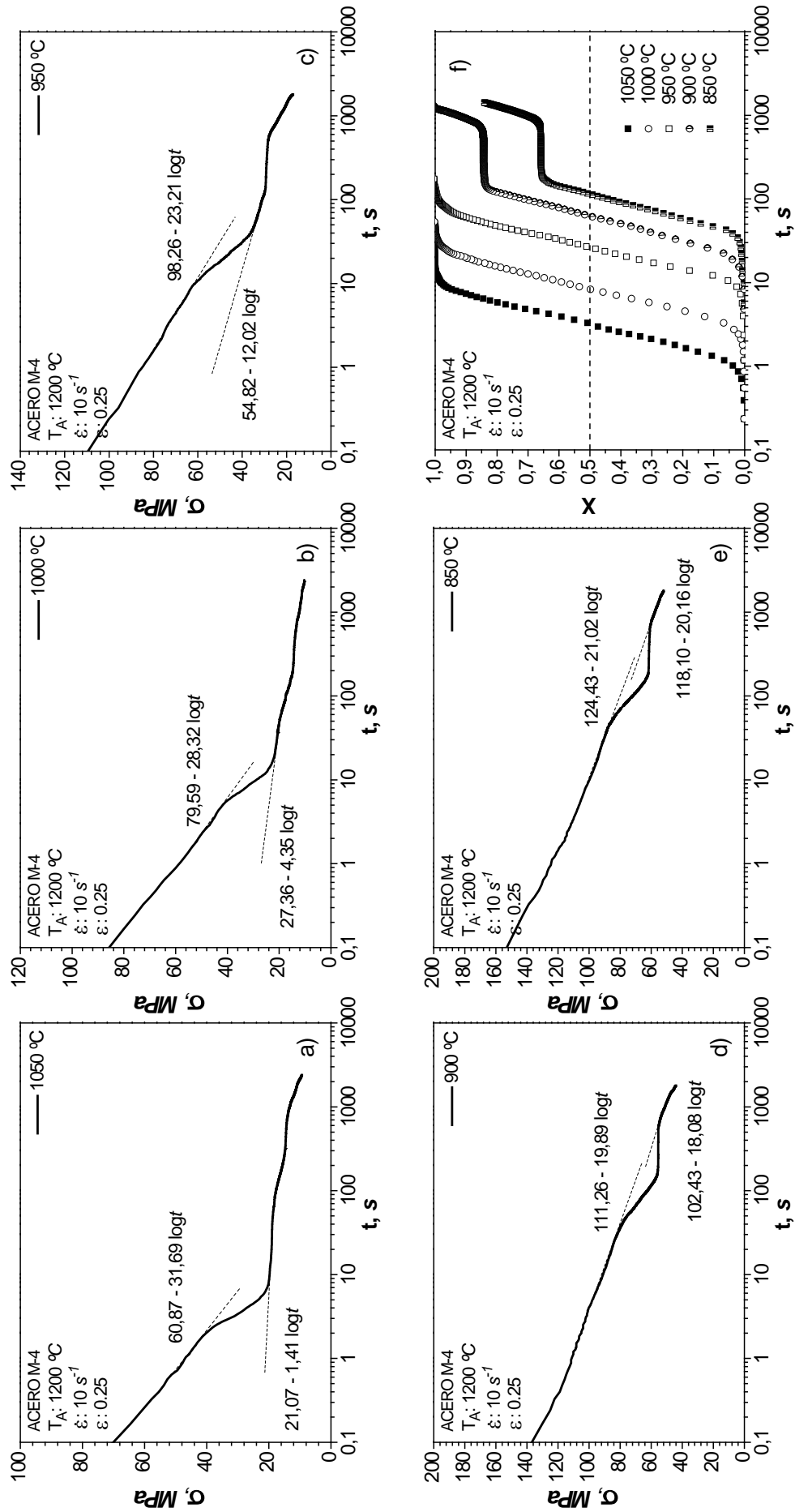


Figura 30A: Curvas de relajación a diferentes temperaturas para el acero M-4: a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C f) fracción de ablandamiento ( $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$  y  $\epsilon = 0.25$ ).

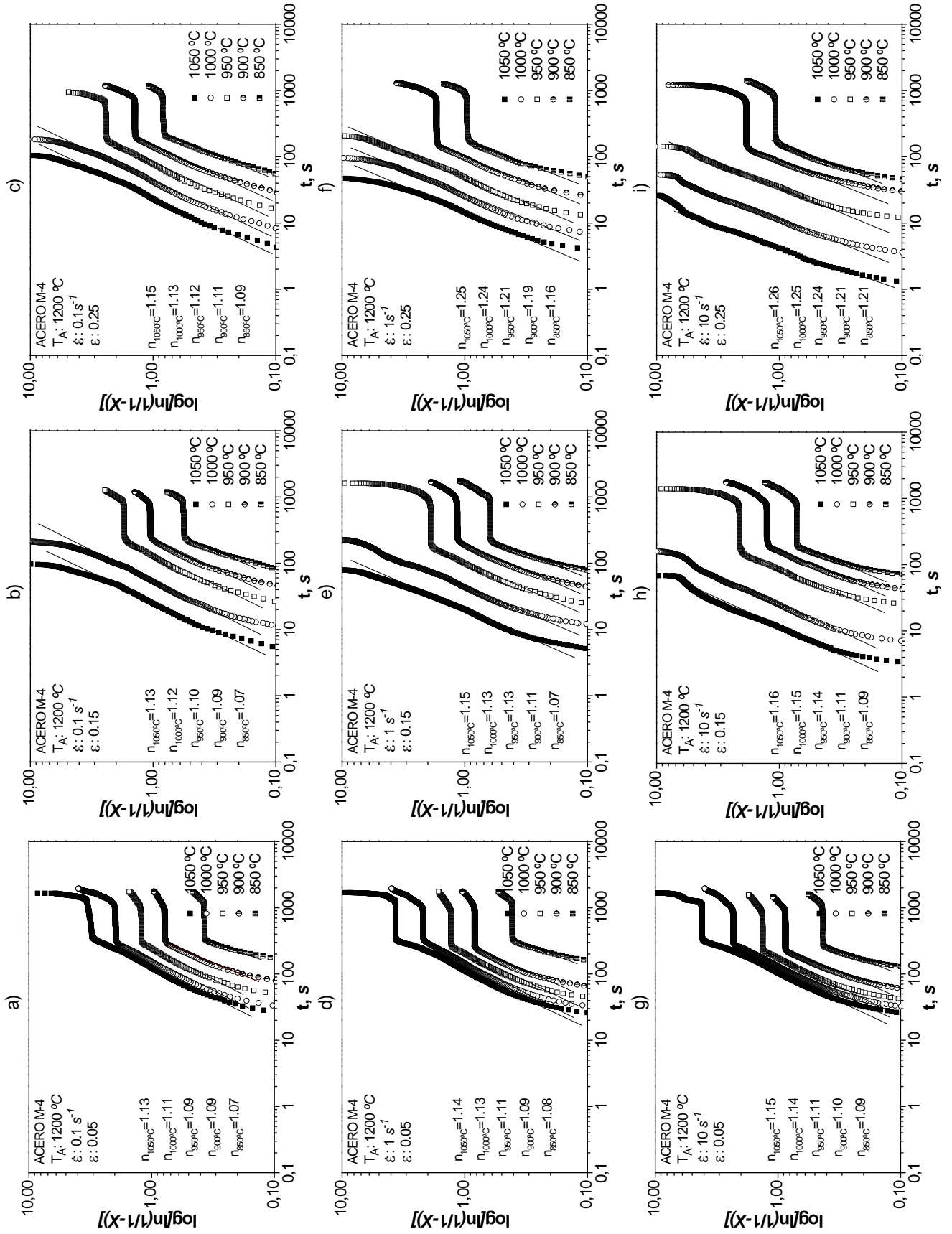


Figura 31A: Exponente de Avrami para el acero M-4.

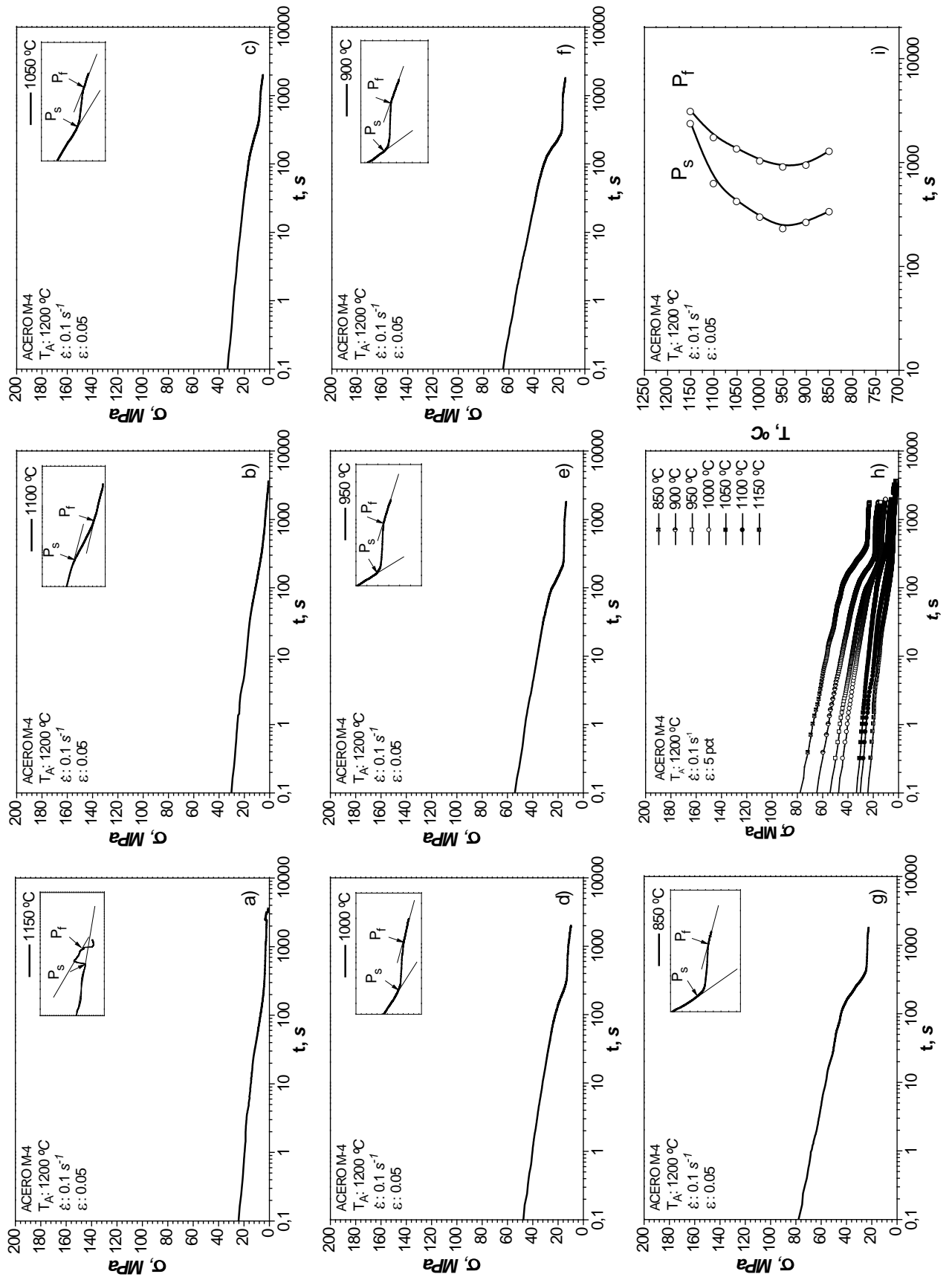


Figura 32A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.05$  y  $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$ : a) 1150 °C, b) 1100 °C, c) 1050 °C, d) 1000 °C, e) 950 °C, f) 900 °C, g) 850 °C, h) conjunto de curvas, i) curva PTT.

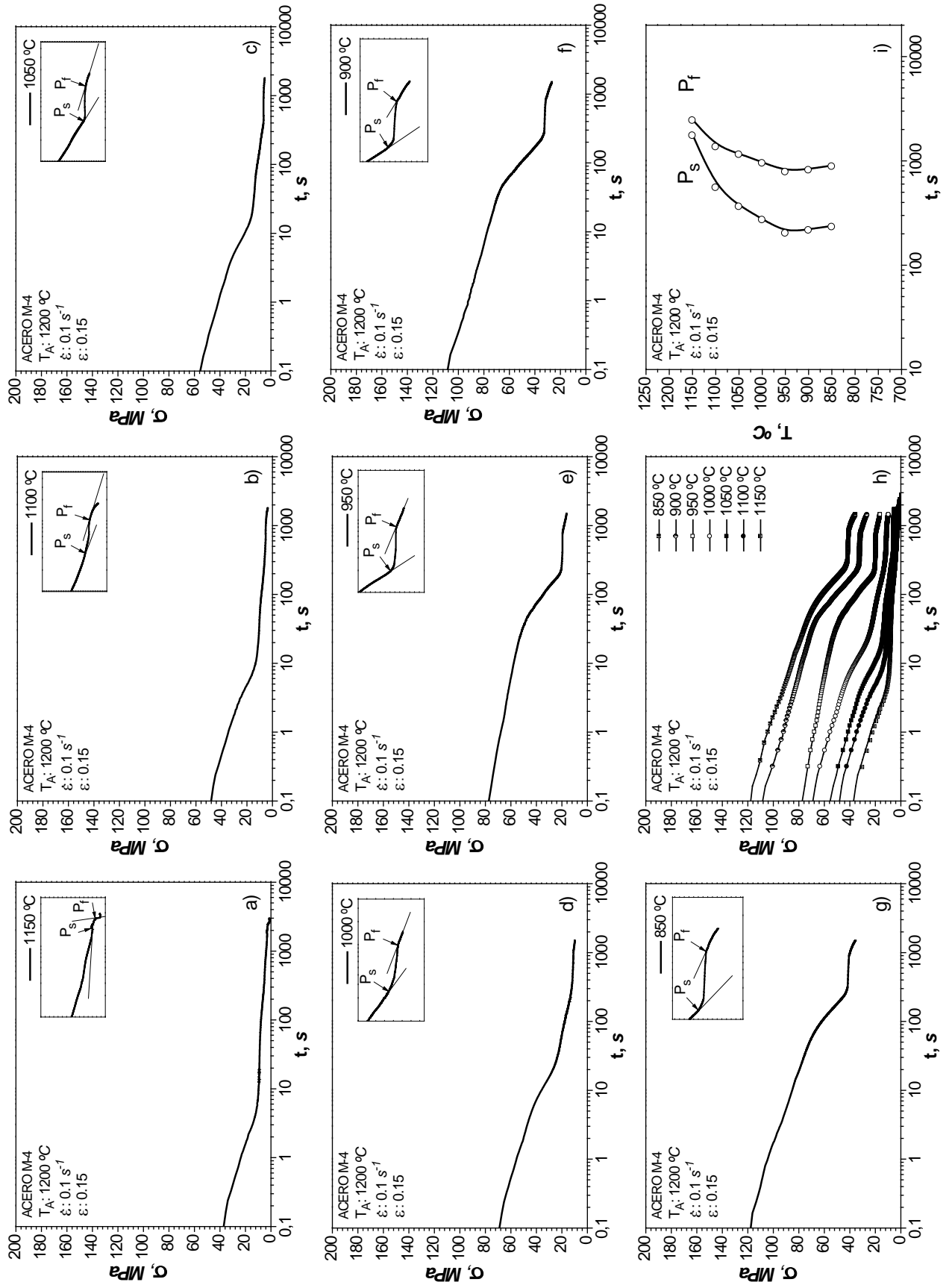


Figura 33A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.15$  y  $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$ : a) 1150 °C, b) 1100 °C, c) 1050 °C, d) 1000 °C, e) 950 °C, f) 900 °C, g) 850 °C, h) conjunto de curvas, i) curva PTT.

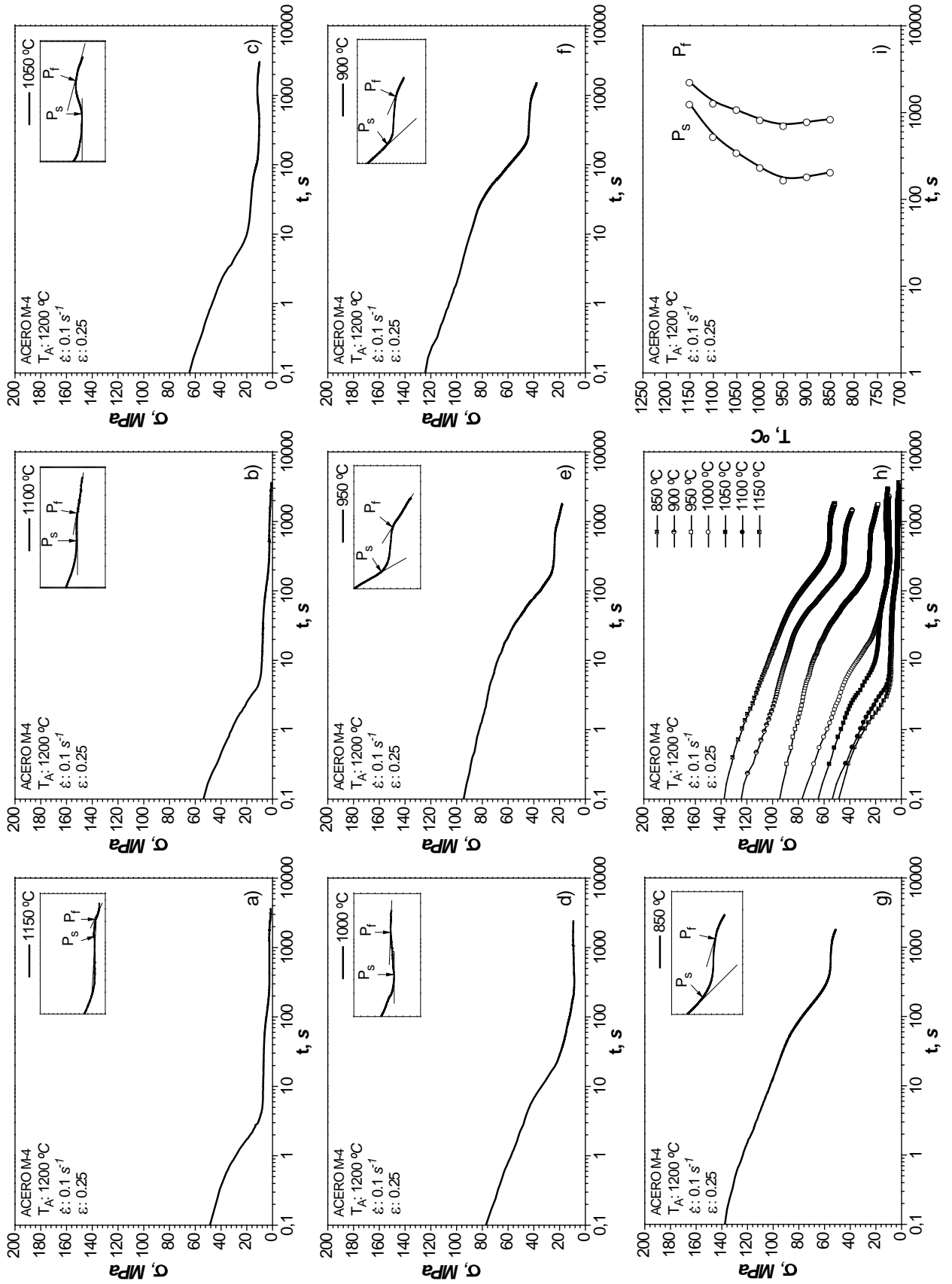


Figura 34A: Curvas de relajaci3n de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.25$  y  $\dot{\epsilon} = 0.1\text{ s}^{-1}$ : a)  $1150\text{ }^\circ\text{C}$ , b)  $1100\text{ }^\circ\text{C}$ , c)  $1050\text{ }^\circ\text{C}$ , d)  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ , e)  $950\text{ }^\circ\text{C}$ , f)  $900\text{ }^\circ\text{C}$ , g)  $850\text{ }^\circ\text{C}$ , h) conjunto de curvas, i) curva PTT.

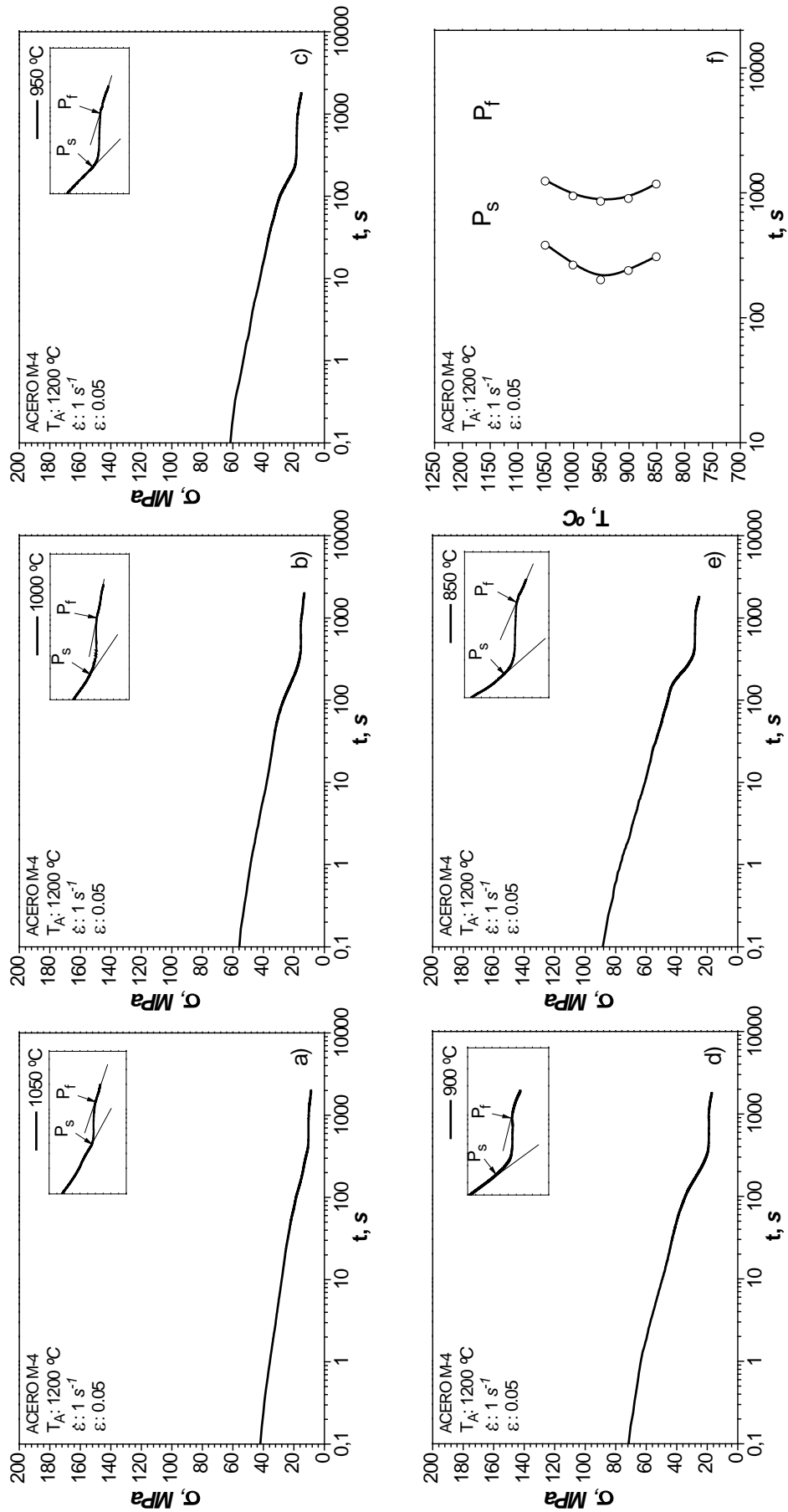


Figura 35A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.05$  y  $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.



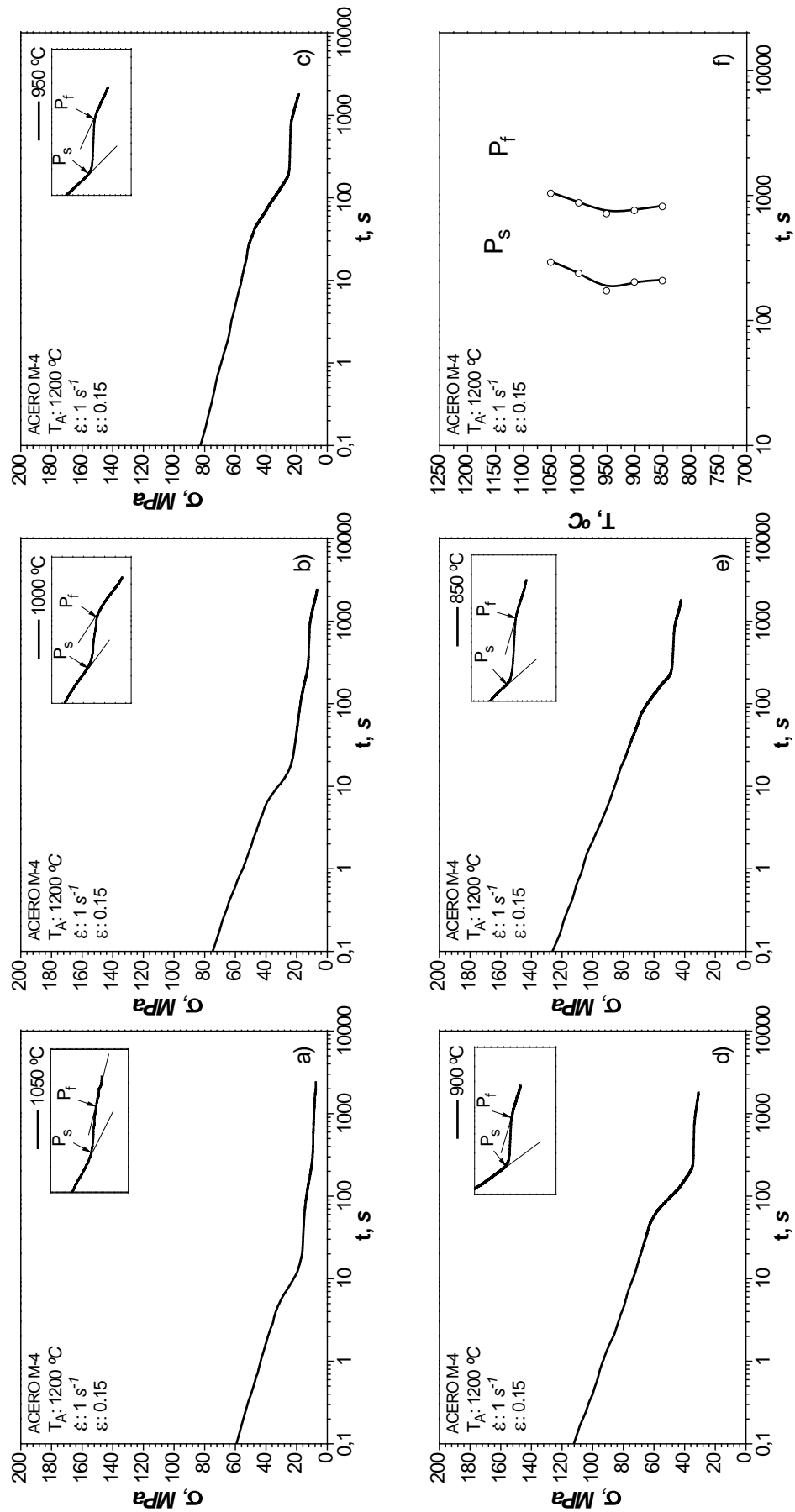


Figura 36A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.15$  y  $\dot{\epsilon} = 1\text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.

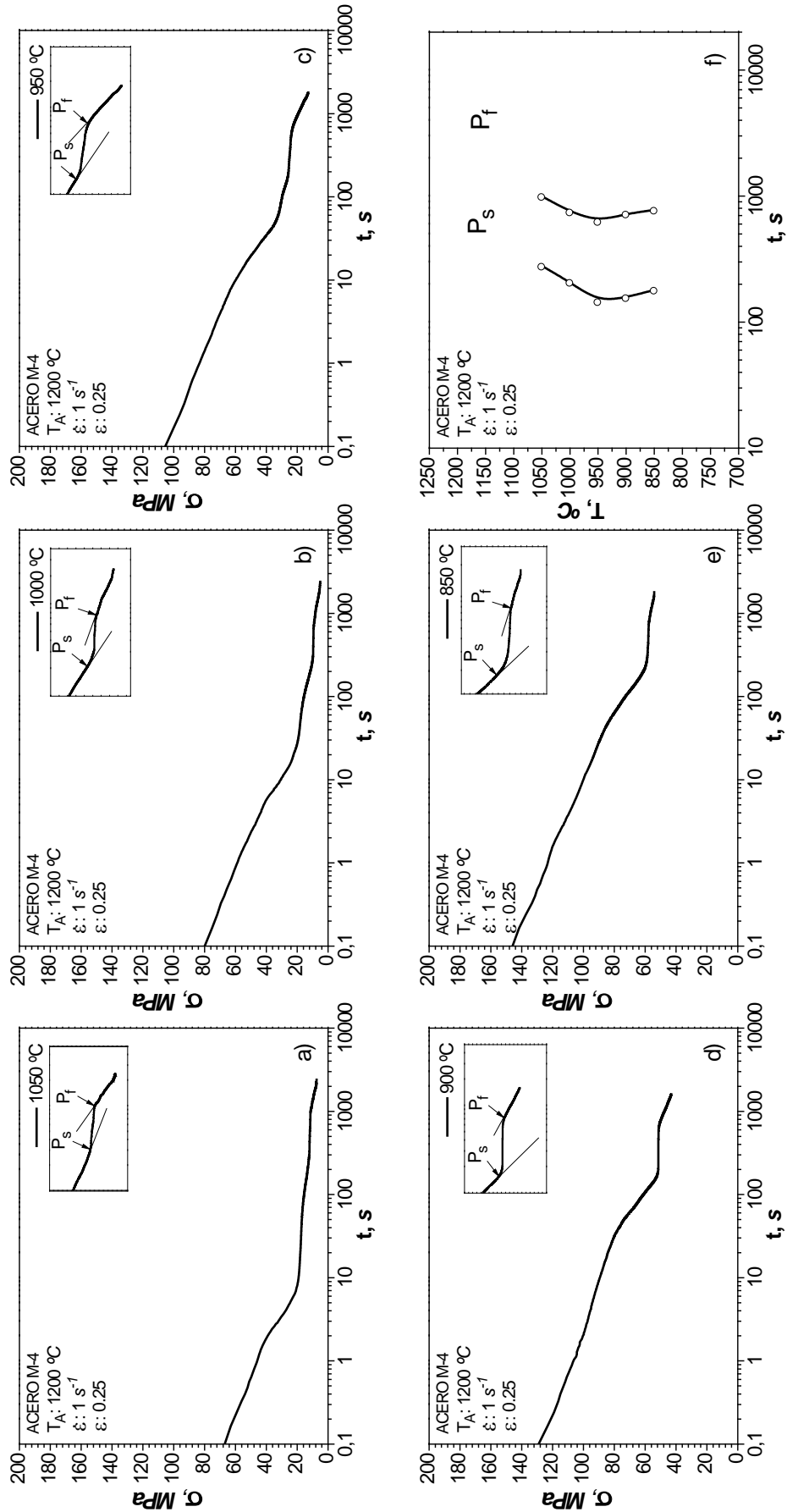


Figura 37A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.25$  y  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.

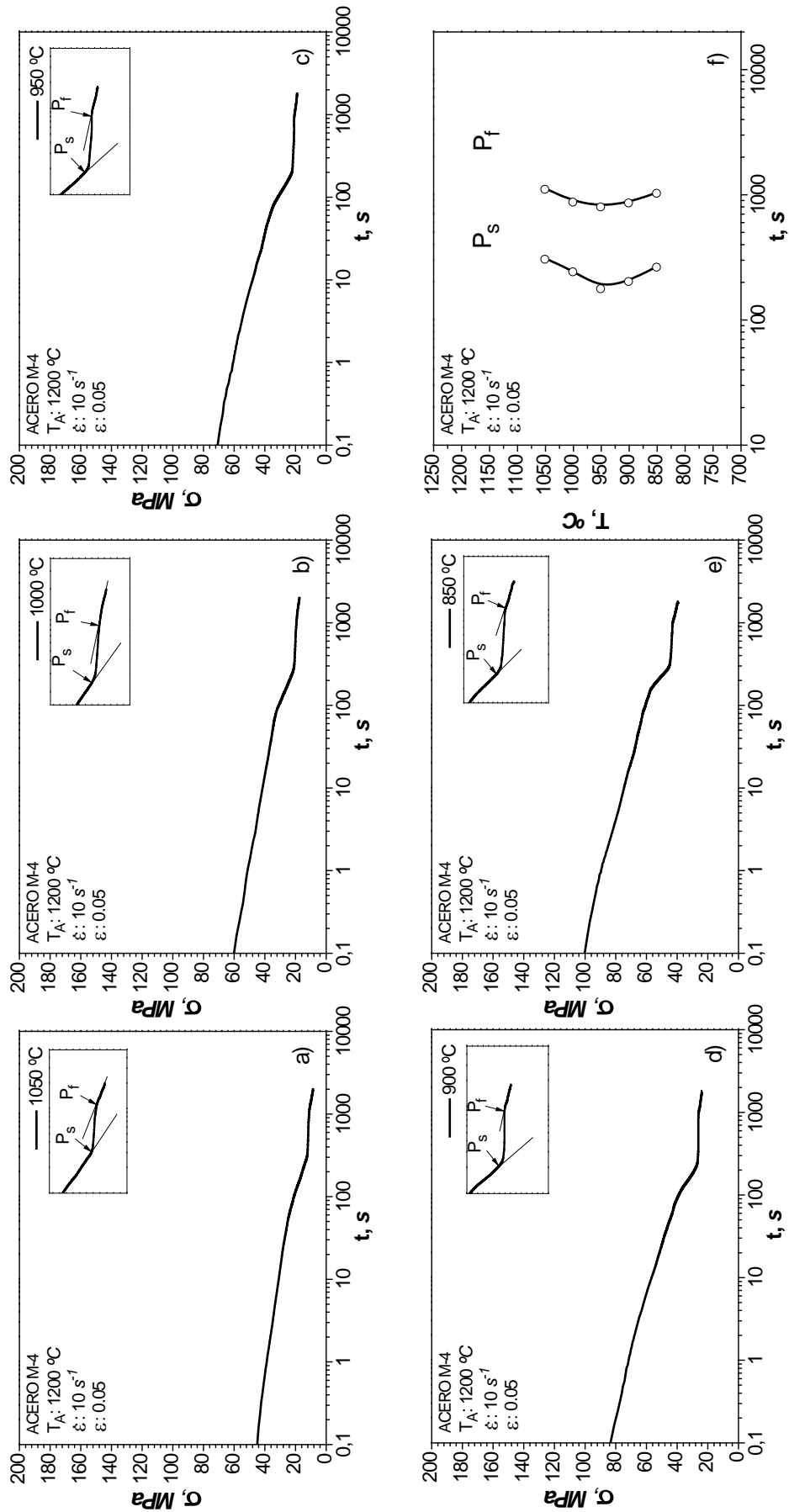


Figura 38A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.05$  y  $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.

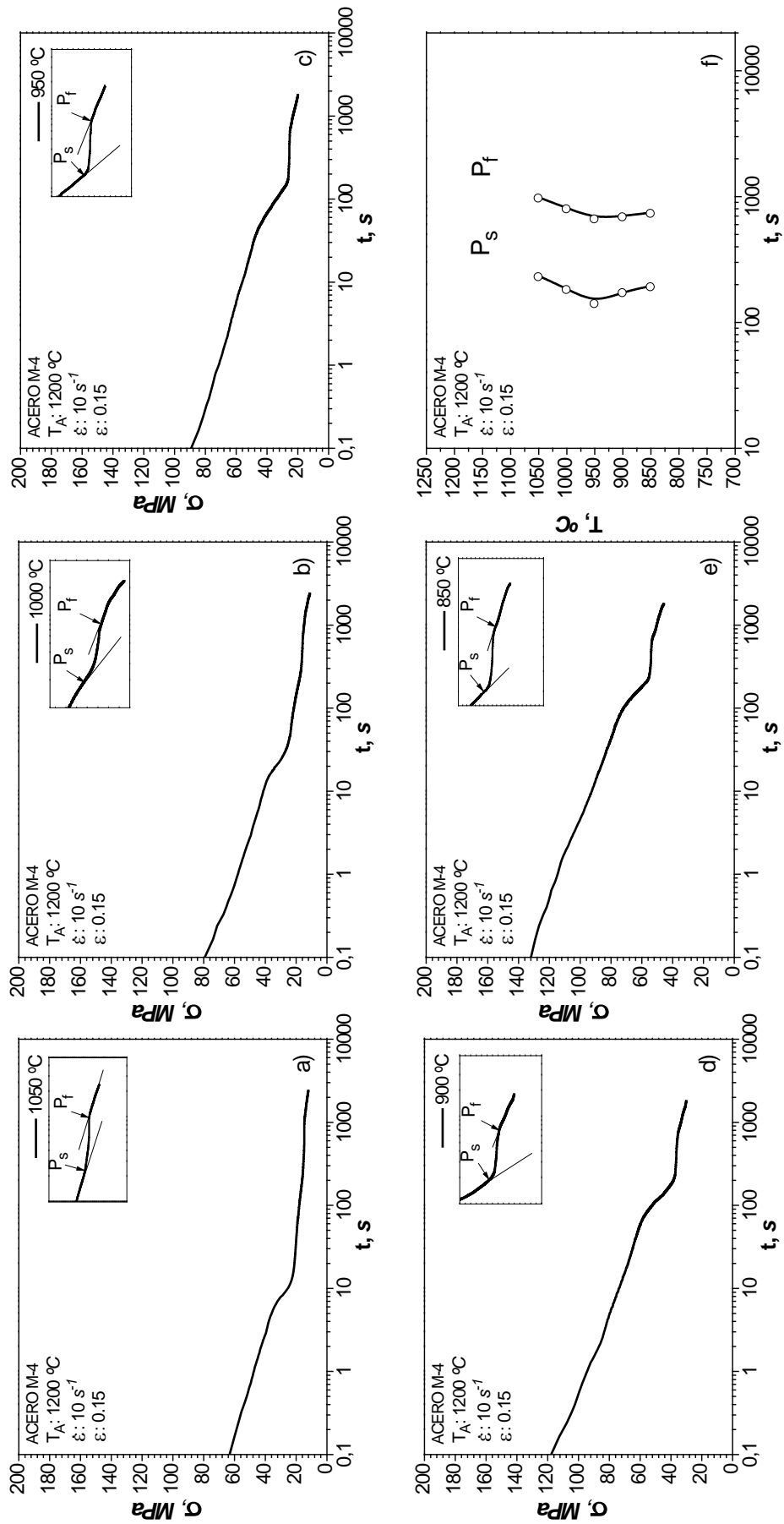


Figura 39A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.15$  y  $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.

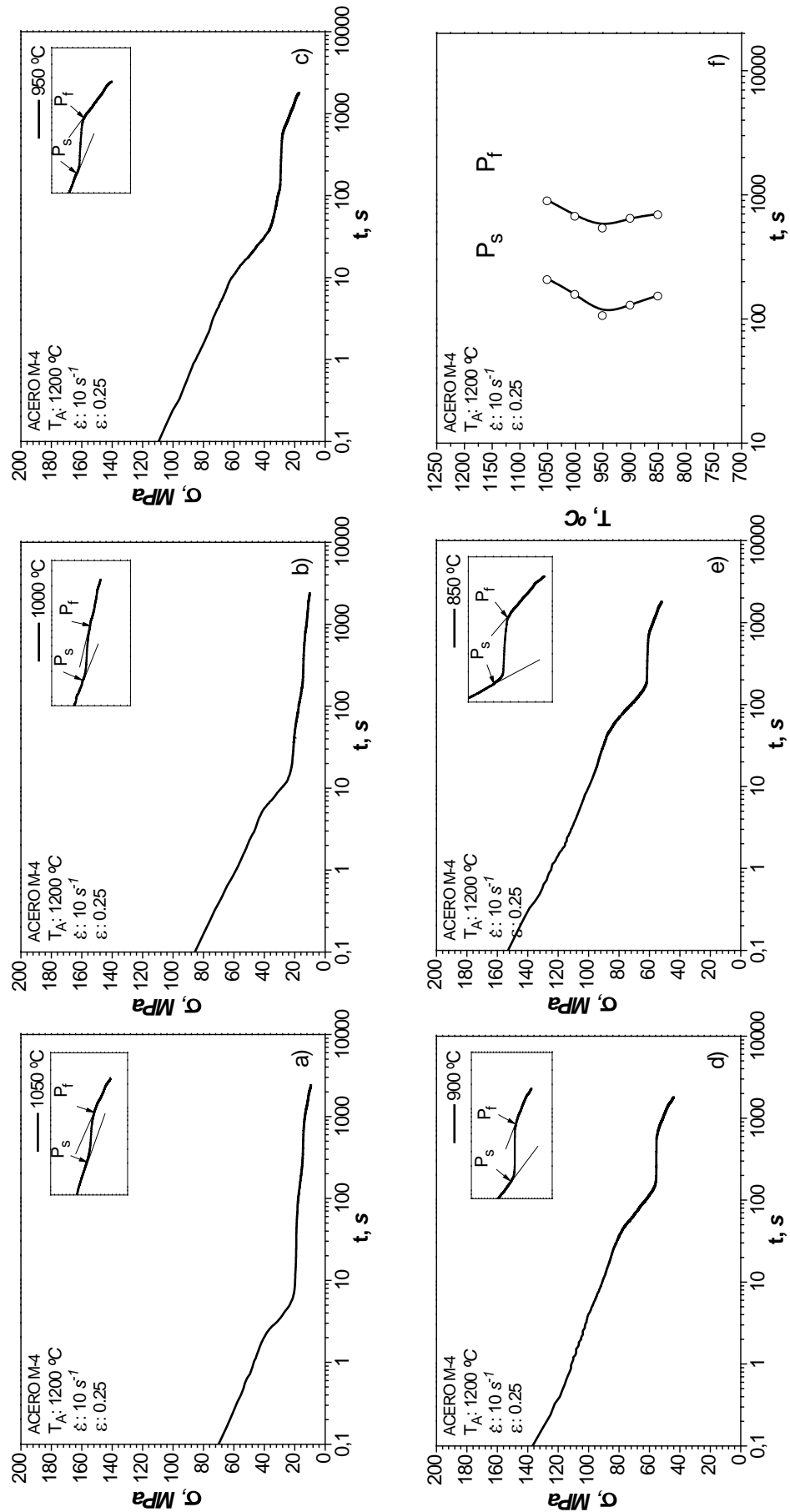


Figura 40A: Curvas de relajación de tensiones del acero M-4 con  $\epsilon = 0.25$  y  $\dot{\epsilon} = 10 \text{ s}^{-1}$ : a) 1050 °C, b) 1000 °C, c) 950 °C, d) 900 °C, e) 850 °C, f) curva PTT.